

**Etude de l'influence de la position et de
l'orientation du substrat par rapport à la
cible rectangulaire**

IV. Etude de l'influence de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible rectangulaire

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous étudierons l'influence de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible rectangulaire. Les paramètres d'élaboration des dépôts métalliques seront présentés. Ensuite, nous déterminerons les différents types de sources d'émissions d'atomes pulvérisés. Puis, les positions et les distances réelles entre les substrats et les sources équivalentes seront présentées afin de comprendre leur influence sur la croissance et les propriétés des dépôts. Les paramètres caractéristiques du flux de vapeur seront déterminés. Nous présenterons enfin les microstructures finales des dépôts métalliques obtenus avec le logiciel Simul3D. Une comparaison entre les images simulées et les images MEB, l'épaisseur et le nombre d'atomes normalisés en fonction de la position et de l'orientation des substrats sera exposée. Nous étudierons également certaines propriétés physiques (porosité et rugosité) des couches simulées avec le logiciel Simul3D. Enfin, la contamination des dépôts par l'oxygène de l'air sera analysée par différentes techniques de caractérisation (EDS, WDS et XPS).

IV.2. Elaboration des couches d'Al, de Cr et de Ti par pulvérisation cathodique DC

Dans le but d'étudier l'influence de la position du substrat par rapport à une cible rectangulaire, le nombre de variables du système de pulvérisation a été réduit par l'utilisation de la première configuration de porte-substrats (figure IV-1).

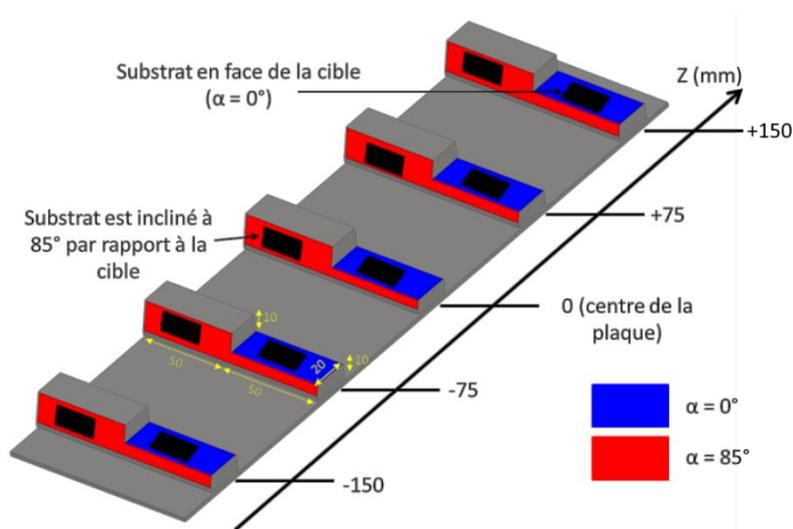


Figure IV-1. Porte-substrats « configuration n°1 ».

Le porte-substrats « configuration n°1 » constitué de 5 porte-substrats est en aluminium. Chaque porte-substrat possède deux faces : une qui est en face de la cible ($\alpha = 0^\circ$, représentée en couleur bleu sur la figure IV-1) et l'autre inclinée à 85° ($\alpha = 85^\circ$) par rapport à la cible (en rouge sur la figure IV-1). La position des cinq porte-substrats par rapport au centre de la plaque est de $P = (-150), (-75), 0, (+75)$ et $(+150)$ mm. La plaque est positionnée verticalement et en face de la cible rectangulaire plane. Les faces inclinées à 85° pointant vers le bas.

La pression résiduelle dans la chambre était de $2 \cdot 10^{-6}$ mbar. Les dépôts d'Al (cfc, masse molaire = 26.98 g/mol, $T_f = 933$ K), de Cr (cc, masse molaire = 52 g/mol, $T_f = 2130$ K) et de Ti (hexagonal, masse molaire = 47.88 g/mol, $T_f = 1933$ K) ont été élaborés avec une puissance de travail constante ($P = 1500$ W) en DC. Le temps d'élaboration a été fixé à 53, 60 et 100 minutes pour chaque dépôt d'Al, de Cr et de Ti respectivement. Ces valeurs ont été déterminées expérimentalement afin d'avoir une épaisseur de dépôt de l'ordre de $4 \mu\text{m}$ pour un angle d'inclinaison de 85° du substrat par rapport à la cible rectangulaire.

Dans ce qui suit, nous étudions les paramètres mesurés lors du processus d'élaboration des différents dépôts métalliques. Tout d'abord, nous commençons par étudier la variation de la pression de travail et de la tension lors du dépôt des trois matériaux métalliques. Puis, nous étudions l'influence de l'évolution de la température du substrat sur la croissance de la microstructure des couches élaborées.

IV.2.1. Pression de travail

La figure IV-2 présente la variation de la pression de travail entre l'ouverture et la fermeture des shutters en fonction du temps d'élaboration des dépôts d'Al, de Cr et de Ti.

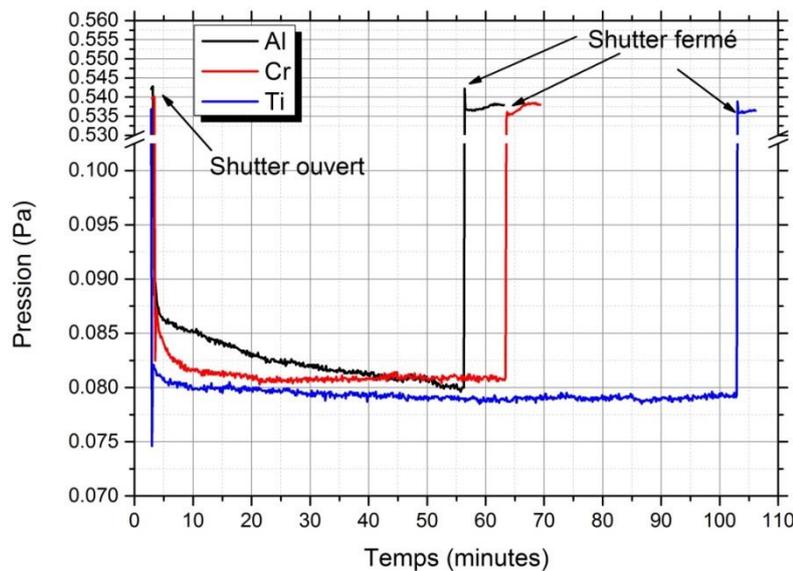


Figure IV-2. Variation de la pression de travail en fonction du temps d'élaboration des dépôts d'Al, de Cr et de Ti en utilisant la configuration n°1 de porte-substrats.

Avant d'ouvrir les shutters, la quantité de gaz d'argon injectée dans la chambre de pulvérisation a été fixée à 100 sccm pendant l'augmentation de la tension de la cible. La pression est alors de l'ordre de 0.54 Pa. Cela permet de nettoyer les cibles de pulvérisation et de maintenir le plasma pendant la montée en puissance. Au moment de l'ouverture des shutters, la quantité de gaz d'argon injectée dans la chambre de dépôt a été fixée à 15 sccm pour les trois matériaux (Al, Cr et Ti). D'après la **figure IV-2**, la pression de travail se stabilise après cinq minutes autour de (0.081 ± 0.0005) et (0.079 ± 0.0004) Pa pour la cible de chrome et de titane respectivement. Pour la cible d'aluminium, la pression de travail n'est pas stable. Elle est de 0.088 Pa après l'ouverture des shutters et elle diminue progressivement jusqu'à 0.079 Pa (fermeture des shutters). Dans ce cas, la valeur moyenne de la pression de travail est de (0.082 ± 0.0015) Pa. Ces petites variations de la pression de travail sont négligeables sur le transport du flux de la cible au substrat et n'influenceront pas la croissance et la microstructure finale des couches minces. A la fin de l'élaboration des dépôts, la quantité de gaz d'argon injectée dans la chambre de pulvérisation a été rétablie à 100 sccm. Ce qui explique l'augmentation brutale de la pression à 0.54 Pa.

IV.2.2. Tension

En suivant la même logique que nous avons utilisée pour étudier la pression de travail, nous étudions à présent la variation de la tension des trois cibles en fonction du temps d'élaboration de chaque dépôt. La **figure IV-3** présente la variation de la tension d'auto-polarisation entre l'allumage du plasma et son extinction et en indiquant l'ouverture et la fermeture des shutters en fonction du temps d'élaboration des dépôts d'Al, de Cr et de Ti.

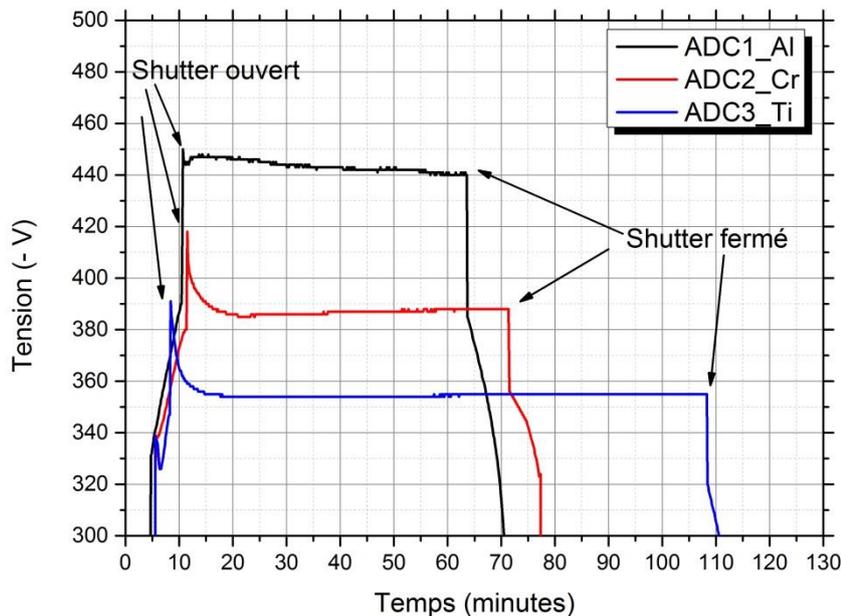


Figure IV-3. Variation de la tension de la cible d'aluminium, de chrome et de titane en fonction du temps d'élaboration en utilisant la configuration n°1 de porte-substrats

Au moment de l'ouverture des shutters, les courbes de tension en fonction du temps d'élaboration se caractérisent par un pic dû probablement au déséquilibre des charges électriques des constituants du plasma (atomes, ions et électrons). Après environ cinq minutes, la tension d'auto-polarisation se stabilise à (-443 ± 2) , (-387 ± 2) et (-355 ± 1) V pour les cibles d'aluminium, de chrome et de titane respectivement. Le courant d'alimentation mesuré est alors respectivement de (3.37 ± 0.01) , (3.87 ± 0.01) et (4.22 ± 0.01) A. A la fin du processus d'élaboration, les shutters ont été fermés et le courant d'alimentation a été coupé progressivement.

IV.2.3. Evolution de la température du substrat

Pour déterminer l'évolution de la température du substrat, un thermocouple a été placé sur le porte-substrats et en face de la cible pendant une pulvérisation dédiée. La température a été mesurée sous les mêmes paramètres de dépôts que ceux appliqués pour l'obtention des couches métalliques (Al, Cr et Ti). Comme les dimensions des substrats en silicium sont négligeables par rapport à celles de la plaque massive constituant notre porte-substrats, nous supposons que la température mesurée correspond bien à la température du substrat. Le procédé de mesure de la température débute à la température de la chambre (proche de l'ambiante) ($T_{amb} \approx 24$ °C). Seule la variation de la température ($T - T_{amb}$) sera étudiée.

La **figure IV-4** présente une comparaison entre l'évolution de la température ($T - T_{amb}$) du porte-substrat mesurée sous des conditions d'élaboration identiques à celles des dépôts métalliques (Al, Cr et Ti) et l'évolution de la température ($T - T_{amb}$) mesurée au niveau des parois les plus proches du substrat lors de l'élaboration des dépôts entre l'ouverture et la fermeture des shutters en fonction du temps.

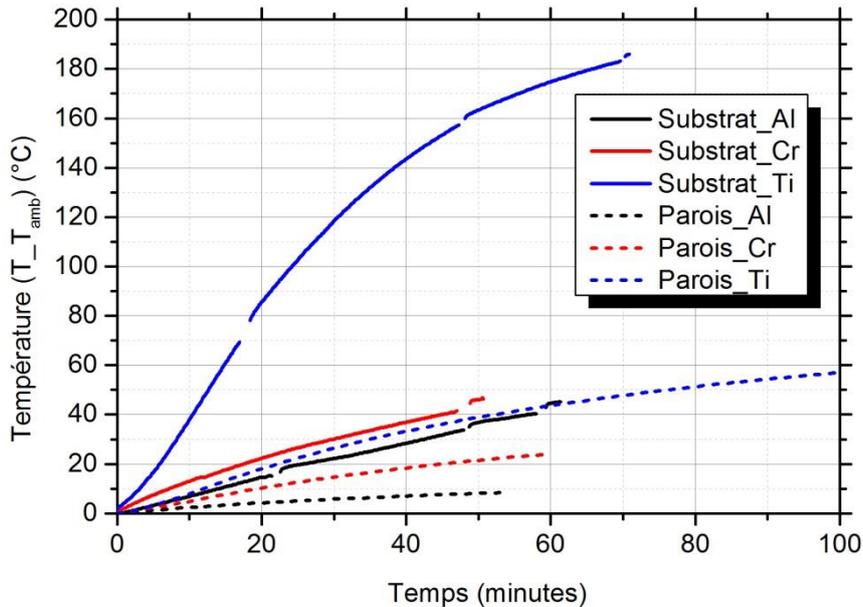


Figure IV-4. Evolution de la température ($T - T_{amb}$) du porte-substrat mesurée sous des conditions d'élaboration identiques à celles des dépôts métalliques et la température ($T - T_{amb}$) mesurée au niveau des parois les plus proches du substrat lors de l'élaboration des dépôts en fonction du temps.

Les discontinuités observées des courbes de la **figure IV-4** s'expliquent par des déconnexions des thermocouples réalisées lors du procédé de mesure. En effet, ces déconnexions ont servi à vérifier la température au niveau des parois.

La **figure IV-4** montre que lors de l'élaboration des dépôts d'Al, de Cr et de Ti, l'évolution de la température du porte-substrats reste dans un régime transitoire. Elle augmente d'une façon pseudo linéaire lors de l'élaboration des dépôts d'Al et de Cr. La température du substrat lors de l'élaboration des dépôts d'Al est légèrement inférieure (d'environ 10 °C) à celle mesurée lors des dépôts de Cr. La vitesse de chauffage du substrat est de 0.7 et 0.9 °C/min lors de l'élaboration des dépôts d'Al et de Cr respectivement. Dans le cas de l'élaboration des dépôts de Ti, la température du substrat augmente de près de 180 °C après 70 min.

On observe également que la différence de température entre la mesure au niveau des parois et celles du substrat lors de l'élaboration des dépôts d'aluminium et de chrome ne dépasse pas 30 °C. En revanche dans le cas de titane, elle peut atteindre 130 °C.

L'évolution de la température lors de l'élaboration des dépôts dépend donc de la nature du matériau de la cible. La température mesurée au niveau des parois peut être très différente de la température du substrat.

Lors de l'élaboration des dépôts, la plaque porte-substrat est soumise à un flux de chaleur thermique. L'origine du chauffage du porte-substrats (donc des substrats) est due principalement à la combinaison des facteurs suivants [178] :

- 1- transfert de chaleur par rayonnement lors de la pulvérisation cathodique de la cible,
- 2- bombardement de la surface du porte-substrats par des particules neutres et/ou des ions,
- 3- chaleur libérée suite aux réactions exothermiques responsables de la formation de composés sur la surface du porte-substrats (oxydes).

L'évolution de la température du substrat est plus importante lors de l'élaboration des dépôts de Ti que d'Al ou de Cr. Afin de comprendre cette différence, nous avons tracé l'énergie moyenne des atomes arrivant à la surface du substrat obtenue par SIMTRA en fonction de la vitesse de dépôt des trois métaux (analyse approximative) (**figure IV-5**). Le substrat utilisé dans ce calcul est en face, au centre et à une distance de 10.5 cm de la cible.

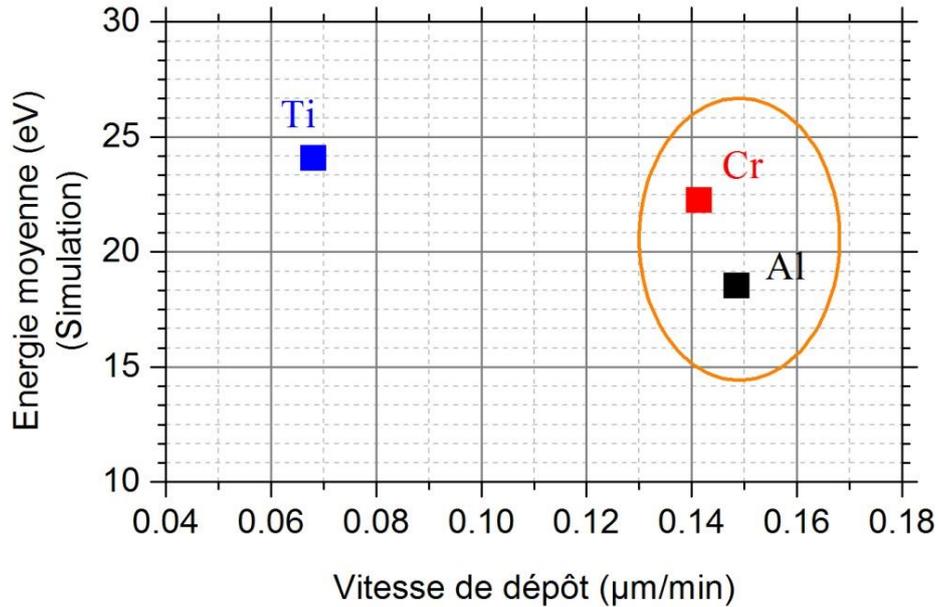


Figure IV-5. Energie moyenne des atomes qui arrivent sur le substrat ($\alpha = 0^\circ$) obtenue avec SIMTRA en fonction de la vitesse de dépôt d'Al, de Cr et de Ti.

D'après la figure IV-5, on constate que la vitesse de dépôt d'Al (v_{Al}) est de $0.149 \mu\text{m}/\text{min}$ et que celle du Cr (v_{Cr}) est de $0.141 \mu\text{m}/\text{min}$. Ces vitesses de dépôt sont très élevées par rapport à celle du Ti ($v_{\text{Ti}} = 0.068 \mu\text{m}/\text{min}$). En effet, le taux de pulvérisation de la cible de titane calculé avec le logiciel SRIM (0.56 atomes/ions) est beaucoup faible que celui de l'aluminium (1.08 atomes/ions) et du chrome (1.36 atomes/ions). En revanche, l'énergie moyenne des atomes de titane (24 eV) arrivant sur le substrat est supérieure à celle des atomes d'aluminium (18 eV) et de chrome (22 eV). Ainsi, on constate que l'évolution de la température du substrat est plus élevée dans le cas où la vitesse de dépôts est faible et l'énergie moyenne des atomes arrivant sur le substrat est grande (comme c'est le cas pour les dépôts de Ti). Dans le cas contraire (une vitesse de dépôt élevée et une énergie moyenne des atomes faible), la vitesse de chauffage du substrat reste constante. On peut donc en conclure que le nombre et l'énergie des atomes arrivant à la surface à chaque instant du substrat sont des paramètres influençant la température du substrat lors du processus de dépôt. **La forte élévation de température lors du dépôt de Ti est probablement liée en partie au problème de refroidissement constaté au niveau de la cible de Ti.**

On note aussi que l'évolution de la température du substrat au cours de l'élaboration des dépôts implique l'augmentation du rapport de la température du substrat (T) et de la température de fusion du matériau constituant le film (T_m) ce qui peut avoir comme conséquence la variation progressive de la microstructure. Les températures de fusion de l'aluminium, du chrome et du titane sont : $T_m(\text{Al}) = 933 \text{ K}$, $T_m(\text{Cr}) = 2180 \text{ K}$ et $T_m(\text{Ti}) = 1943 \text{ K}$. La figure IV-6 montre que le rapport (T/T_m) varie d'une façon pseudo linéaire de 0.318 à 0.366 et de 0.136 à 0.157 en fonction du temps d'élaboration des dépôts d'aluminium et de chrome respectivement, alors qu'il augmente progressivement de 0.152 à 0.248 dans le cas des dépôts de titane.

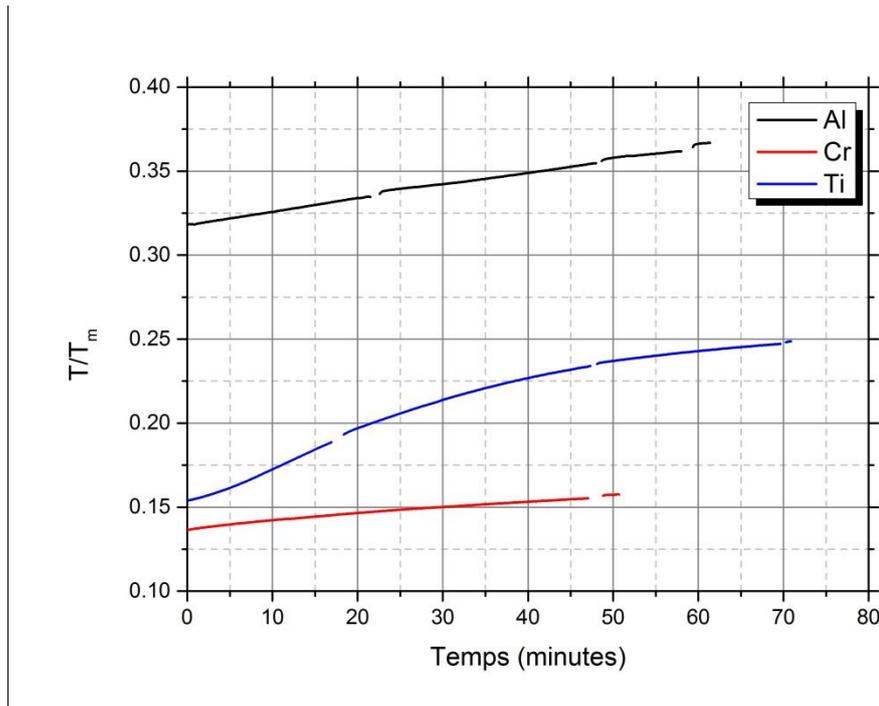


Figure IV-6. Rapport T / T_m en fonction du temps d'élaboration des dépôts d'Al, de Cr et de Ti.

Sans surprise, les courbes d'évolution du rapport (T/T_m) suivent celles de la température du substrat (T).

Le diagramme de Thornton (figure IV-7) permet de suivre et de prédire l'évolution de la microstructure des films élaborés en fonction de la température du substrat.

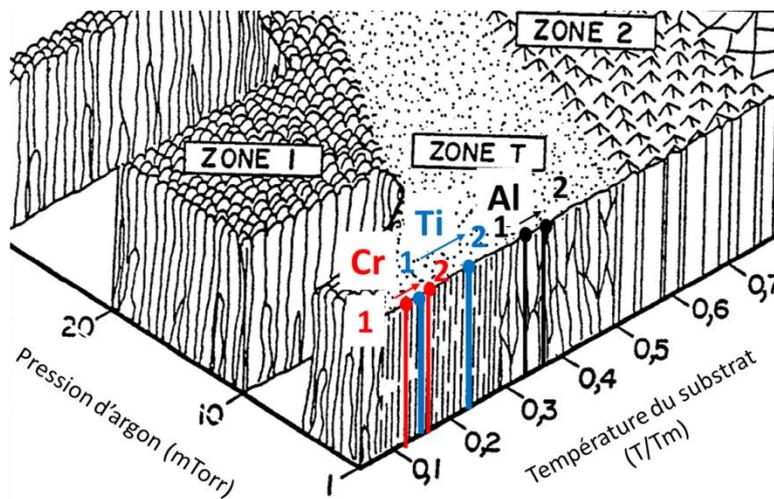


Figure IV-7. Diagramme de Thornton [63] : (1) début et (2) fin du processus d'élaboration des dépôts d'Al, de Cr et de Ti.

A température ambiante ($T = 297 \text{ K}$), la microstructure des dépôts est située dans la zone T du diagramme de Thornton. Cette zone T est une zone de transition où la croissance est fortement soumise à une compétition de croissance entre grains. Sous une pression d'environ

(0.08 ± 0.01) Pa, l'évolution du rapport (T/Tm) entre 0.1 et 0.5 ne fait pas changer de zone de microstructure (d'après Thornton) pour les trois dépôts (Al, Cr et Ti). Les dépôts de chrome et de titane se caractérisent par une microstructure colonnaire à grains fins. Le dépôt d'Al se caractérise par une microstructure colonnaire à grains relativement gros. Malgré cette variation de température, la microstructure des films ne devrait dépendre que du changement d'angle du substrat et de la position face à la cible.

On peut conclure que les paramètres d'entrée (la pression et la puissance de travail) et les paramètres qui ont été déduits (la tension d'auto-polarisation et la température) sont relativement constants et que leur variation n'influencera pas énormément la microstructure de la couche finale.

Le **tableau IV-1** résume les paramètres d'entrée et les paramètres qui ont été déterminés à la fin du processus d'élaboration des dépôts métalliques lors de cette première étude.

Dépôt	Al	Cr	Ti
Paramètres d'entrée			
Pression de travail (Pa)	0.082	0.081	0.079
Gaz	Argon		
Puissance de travail (W)	1500		
Distance cible-substrat (mm)	105		
Température initiale (K)	297		
Angle d'inclinaison du substrat par rapport à la cible (°)	0 et 85		
Temps de dépôt (min)	53	60	100
Paramètres déduits			
Polarisation de la cible (-V)	443	387	355

Tableau IV-1. Conditions opératoires des dépôts d'Al, Cr et de Ti obtenus par pulvérisation magnétron DC.

Les paramètres du **tableau IV-1** seront utilisés dans les logiciels SRIM et SIMTRA.

Dans ce qui suit, après avoir simulé les différents procédés, nous exposerons le bilan énergétique des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant sur les substrats. L'énergie moyenne des atomes pulvérisés sera calculée avec le logiciel SRIM et l'énergie moyenne et le nombre moyen de collisions des atomes arrivant sur la surface du substrat seront obtenus avec SIMTRA. L'objectif est d'estimer la variation d'énergie des atomes au moment de l'éjection et au moment du collage sur la surface du substrat. Le nombre de collisions moyen peut être vu comme l'image de l'énergie perdue lors du transport.

IV.3. Bilan énergétique des atomes d'aluminium, de chrome et de titane

Nous avons utilisé le logiciel SIMTRA pour simuler un substrat situé en face du centre de la cible en utilisant les données du **tableau IV-1**. Ensuite, l'énergie moyenne et le nombre moyen de collisions des atomes qui arrivent à la surface du substrat ont été calculés, puis comparés aux résultats trouvés avec les valeurs de l'énergie moyenne calculée avec le logiciel SRIM

(Ch.III.3-4). Le **tableau IV-2** récapitule les énergies moyennes calculées au moment de l'éjection des atomes de la cible avec SRIM et au moment d'arriver à la surface du substrat avec SIMTRA ainsi que le nombre moyen de collisions obtenu avec SIMTRA.

Matériau	Energie moyenne des atomes calculée par :		Energie perdue lors du transport ΔE (%)	Nombre moyen de collisions
	SRIM	SIMTRA		
Al	23.40	18.53	21	1.1
Cr	30.07	22.24	26	1.2
Ti	37.81	24.07	36	1.0

Tableau IV-2. Bilan énergétique des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant à la surface du substrat.

D'après le **tableau IV-2**, les atomes d'aluminium, de chrome et de titane perdent respectivement environ 21 %, 26 % et 36 % de leur énergie initiale. Cette perte d'énergie cinétique est due principalement aux chocs élastiques subis lors de leur transport depuis la cible jusqu'au substrat. Le nombre moyen de collisions est équivalent pour les trois matériaux métalliques. Il est environ d'une collision par atome sur le trajet cible-substrat. Ceci s'explique par les conditions de travail (distance cible-substrat et pression de travail relativement identiques pour les trois dépôts (Al, Cr et Ti)).

Nous nous sommes ensuite intéressés à la variation de l'énergie moyenne et du nombre de collisions des atomes des trois matériaux métalliques (Al, Cr et Ti) que nous avons étudiés. Nous avons déterminé celle-ci dans le cas de substrats (dans la configuration n°1 du porte-substrats) placés en face et inclinés de 85° par rapport à la cible de pulvérisation.

La **figure IV-8** présente l'énergie moyenne et le nombre de collisions des atomes des trois matériaux métalliques (Al, Cr et Ti) arrivant à la surface des substrats.

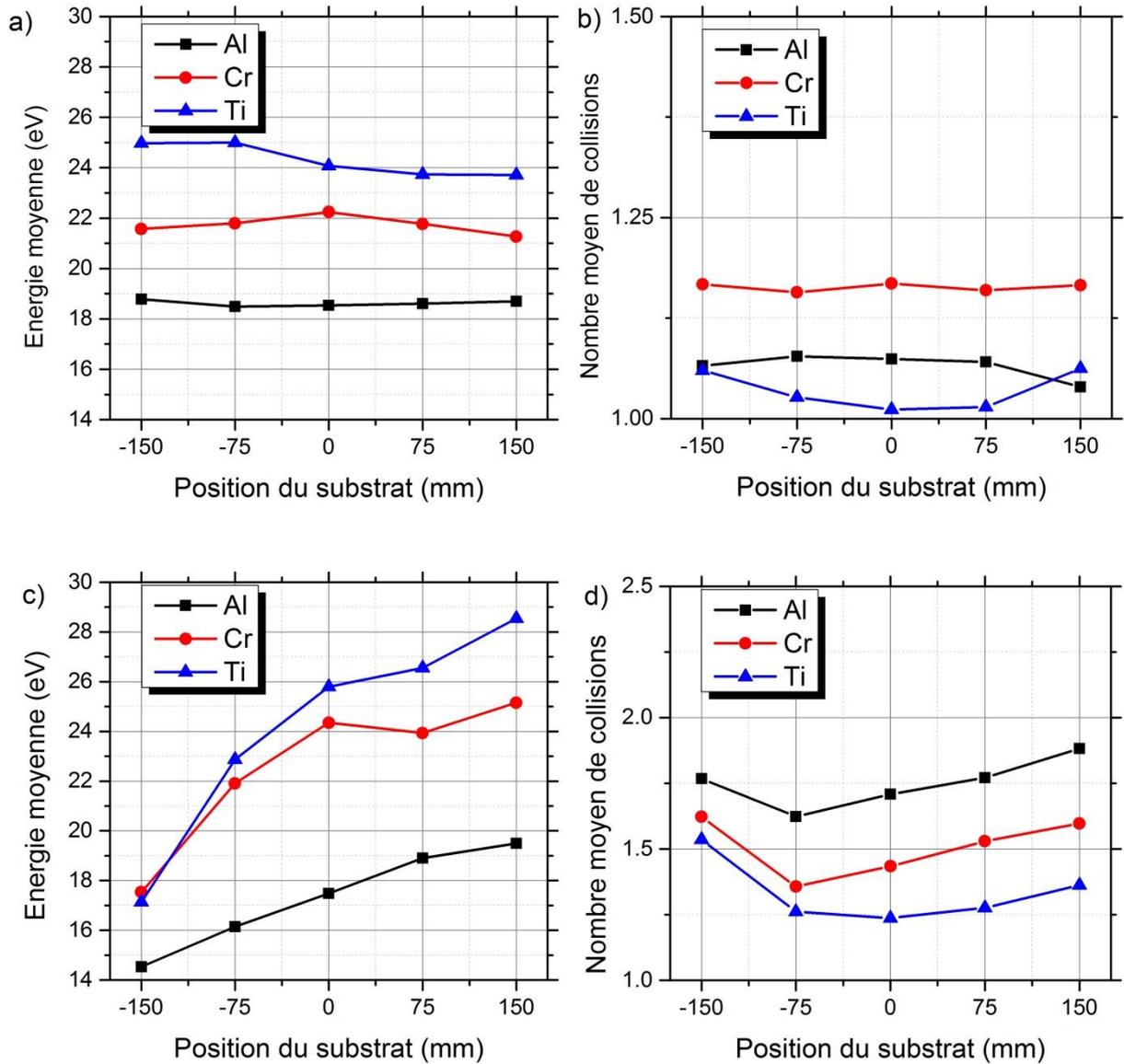


Figure IV-8. Energie moyenne et nombre moyen de collisions des atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant à la surface d'un substrat placé en face (a et b) et incliné à un angle de 85°(c et d) par rapport à la cible.

On constate que les atomes d'aluminium arrivent à la surface du substrat avec une énergie identique quelle que soit la position du substrat par rapport à la cible. Elle est de l'ordre de 18.6 eV. Cette énergie reste inférieure à celle de l'énergie moyenne des atomes de chrome (22.2 eV) et de titane (24.1 eV). On remarque également une légère diminution de l'énergie moyenne des atomes de titane lorsque l'on se déplace de la position (-150 mm) à (+150 mm). Les atomes éjectés subissent environ une collision par atome lors du transport depuis la cible jusqu'au substrat et ce quelle que soit la position face à la cible (figure IV-8-b). Cependant, l'énergie moyenne des atomes des trois matériaux métalliques (Al, Cr et Ti) arrivant sur les surfaces des substrats inclinés à un angle de 85° augmente avec la position du substrat (figure IV-8-c). Le nombre de collisions augmente également après une première diminution entre -150 et -75 mm (figure IV-8-d).

L'étude des distributions énergétiques d'atomes incidents complète l'analyse réalisée à partir des valeurs moyennes. Pour ce faire, nous avons choisi les atomes de chrome à titre d'exemple, les autres matériaux présentant des profils similaires.

La figure IV-9 présente un exemple des distributions énergétiques des atomes incidents de chrome en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible. La probabilité d'apparition a été normalisée au nombre de particules.

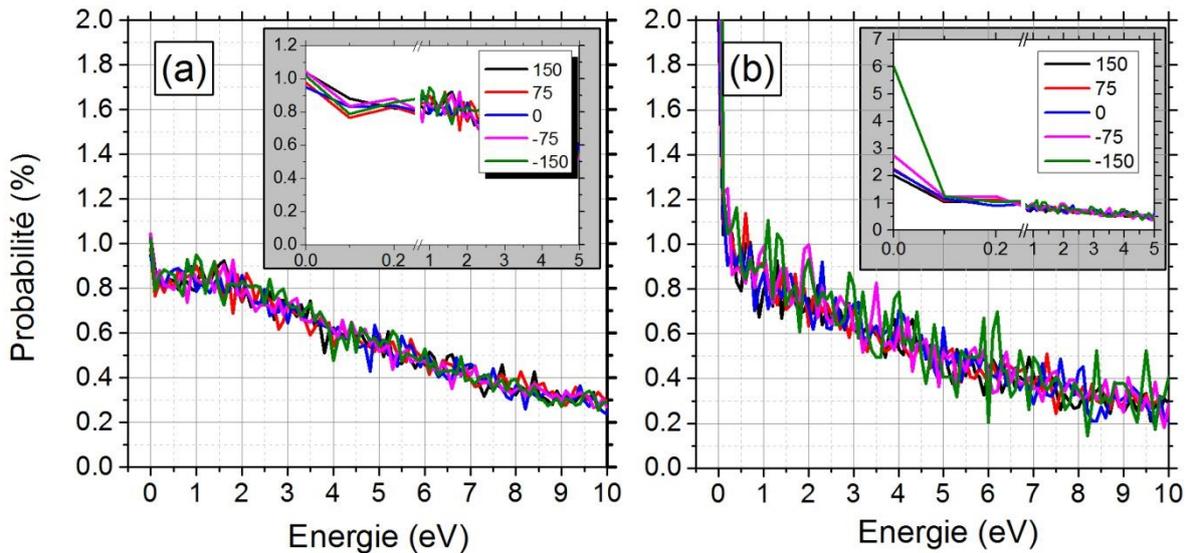


Figure IV-9. Distribution énergétique des atomes incidents de chrome en fonction de la position des substrats soit a) en face de la cible, soit b) inclinés à 85°. En insert, zoom sur les très faibles énergies.

Pour chaque angle, quelle que soit la position, les distributions en énergie semblent égales (hors très faible énergie qui est discuté par la suite). Pour des énergies supérieures à 1 eV, il y a même peu de différences entre les substrats en face de la cible et ceux inclinés à 85°. On constate seulement plus de dispersion pour les substrats inclinés due au plus faible nombre de particules détecté. Dans le cas des faibles énergies ($E < 1$ eV), il y a très peu de variation dans les distributions pour les substrats à $\alpha = 0^\circ$, la probabilité maximum atteignant $\sim 0.95\%$.

Pour $\alpha = 85^\circ$ et dans cet intervalle d'énergie ($E < 1$ eV), on constate que d'une manière générale, la probabilité est plus élevée que celle des substrats en face de la cible. Plus particulièrement la surface du substrat positionné à (-150 mm) reçoit une plus grande quantité d'atomes ($\sim 6\%$) ayant une faible énergie par rapport au substrat positionné à (+150 mm) ($\sim 2\%$) suivi par le substrat à (-75 mm) (2.7 %). Pour le substrat à (-150 mm), ce constat est en accord avec le nombre de collisions rapporté précédemment.

On peut conclure que les atomes de titane sont plus énergétiques que les atomes de chrome et que les atomes de chrome sont plus énergétiques que les atomes d'aluminium. En revanche, les atomes de titane perdent plus d'énergie par rapport aux atomes d'aluminium et de chrome lors du transport. La pression de travail permet d'avoir en moyenne une collision par atome

sur le trajet cible-substrat, ce qui implique que le dépôt sur chaque substrat est en configuration balistique. L'énergie des atomes déposés sur des substrats ($\alpha = 0^\circ$) est relativement constante. Par contre, l'énergie moyenne des substrats inclinés de 85° varie nettement avec la position du substrat par rapport à la cible. Enfin, les substrats inclinés à 85° reçoivent une plus grande quantité d'atomes de faible énergie ($E < 1$ eV). Cette première analyse à l'échelle globale de l'énergie reçue par les substrats indique clairement une influence non seulement de l'angle du substrat mais aussi de l'orientation et de la position des substrats par rapport à la cible pour un angle donné.

Afin de mieux comprendre ces différences, il faut étudier l'origine sur la cible des particules arrivant sur un substrat donné. C'est l'objet de la partie suivante, où sera étudié la fréquence d'émission des atomes pulvérisés. Puis, nous déterminons les positions réelles des substrats par rapport à la cible rectangulaire à partir des coordonnées du barycentre de la source des atomes pulvérisés.

IV.4. Source d'atomes pulvérisés

IV.4.1. Configuration cible-substrats

En configuration GLAD, les substrats sont nommés selon leur angle d'inclinaison défini par rapport à la normale de la cible. Ce qui est à peu près correct dans le cas de sources de petites tailles (creuset d'évaporation, cible de pulvérisation circulaire de petit diamètre) où le substrat est aligné sur la normale de la cible et dans un mode de transport balistique. Si d'après la pression et le calcul SIMTRA, le mode balistique peut être supposé, les cibles utilisées sont loin d'être petites ni symétriques en forme par rapport à la normale centrale. L'hypothèse initiale que chaque substrat reçoit des atomes provenant d'une fraction de cible directement en face (figure IV-10) est étudiée dans cette partie

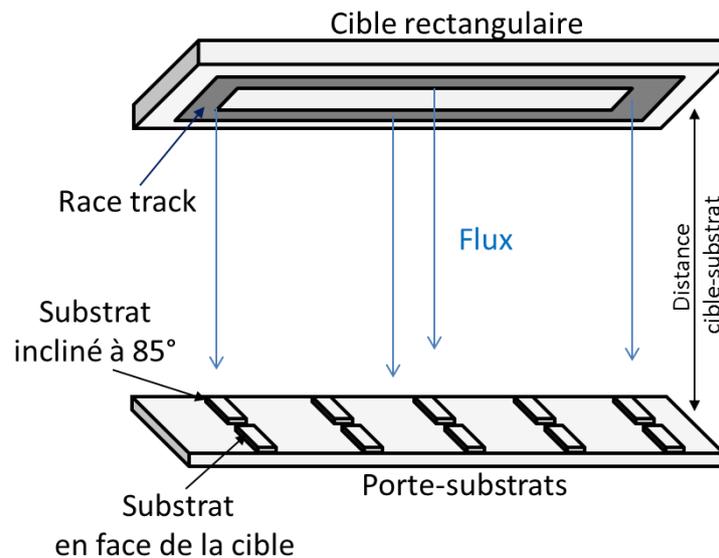


Figure IV-10. Schéma de la configuration cible rectangulaire-substrats.

Afin de comprendre l'origine des atomes déposés sur la surface du substrat et d'avoir une estimation du profil de dépôt sur le substrat, nous allons étudier la répartition des positions initiales des atomes pulvérisés de la cible rectangulaire au moment de l'éjection. Seuls les atomes déposés sur la surface du substrat sont représentés. La position initiale des atomes pulvérisés d'aluminium, de chrome et de titane a été calculée avec le logiciel SIMTRA.

IV.4.2. Fréquence d'émission des atomes pulvérisés

La fréquence d'apparition normalisée représente le rapport entre le nombre d'atomes éjectés par unité de surface et le nombre d'atomes maximum éjectés par unité de surface. La figure **IV-11** présente la fréquence d'apparition normalisée des atomes éjectés puis déposés sur les substrats en face de la cible de chrome. Les images des fréquences d'émission des atomes pulvérisés de la cible d'aluminium et de titane puis déposés sur les substrats en face de la cible sont présentées dans les **Annexes 1 et 2**.

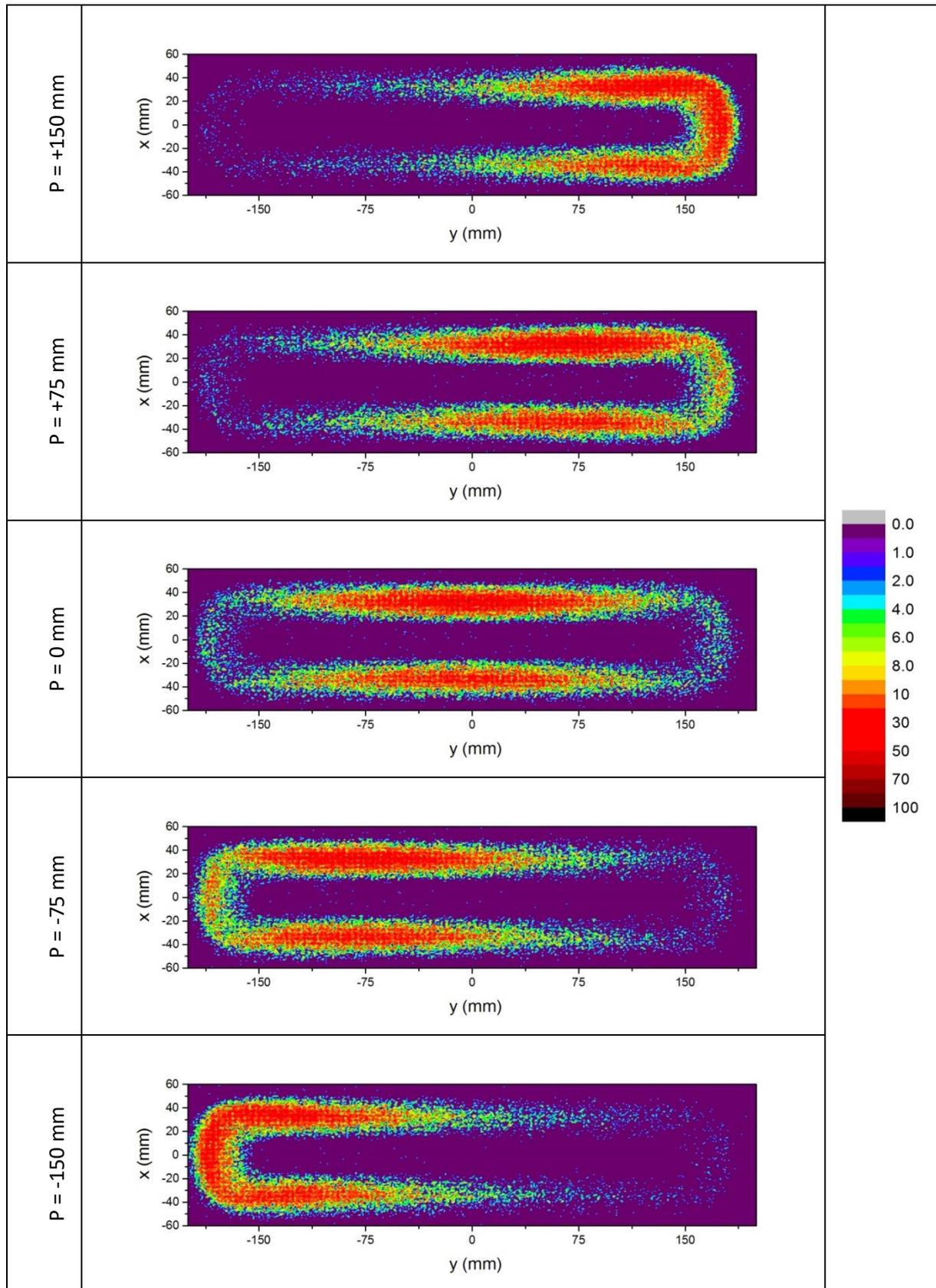


Figure IV-11. Différentes sources d'atomes pulvérisés puis déposés sur les substrats en face de la cible de chrome (P : position du substrat).

On peut constater qu'il existe plusieurs sources d'atomes éjectés « équivalentes » de la cible de chrome ([figure IV-11](#)) : une source principale et une source secondaire. La source principale est située dans la zone d'érosion de la cible en face des substrats $\alpha = 0^\circ$. La source secondaire est opposée à la source principale dans le cas où les substrats sont positionnés à $P = (-75), 0$ et $(+75)$ mm. En revanche, les deux sources (principale et secondaire) sont fusionnées dans le cas où les substrats sont positionnés à (-150) et $(+150)$ mm. On remarque que seul le substrat en face de la cible et positionné au milieu du porte-substrats ($P = 0$ mm) reçoit le maximum d'atomes. Ceci s'explique par l'orientation et la position favorable de la surface du substrat positionné à $P = 0$ mm par rapport au flux de vapeur normal et oblique.

Dans ce qui suit, nous allons présenter la fréquence d'apparition normalisée des atomes éjectés puis déposés sur les substrats inclinés de 85° par rapport à la cible rectangulaire de chrome ([figure IV-12](#)). Les images des fréquences d'émission des atomes pulvérisés de la cible d'aluminium et de titane puis déposés sur les substrats inclinés de 85° par rapport à la cible sont présentées dans les [Annexes 3](#) et [4](#).

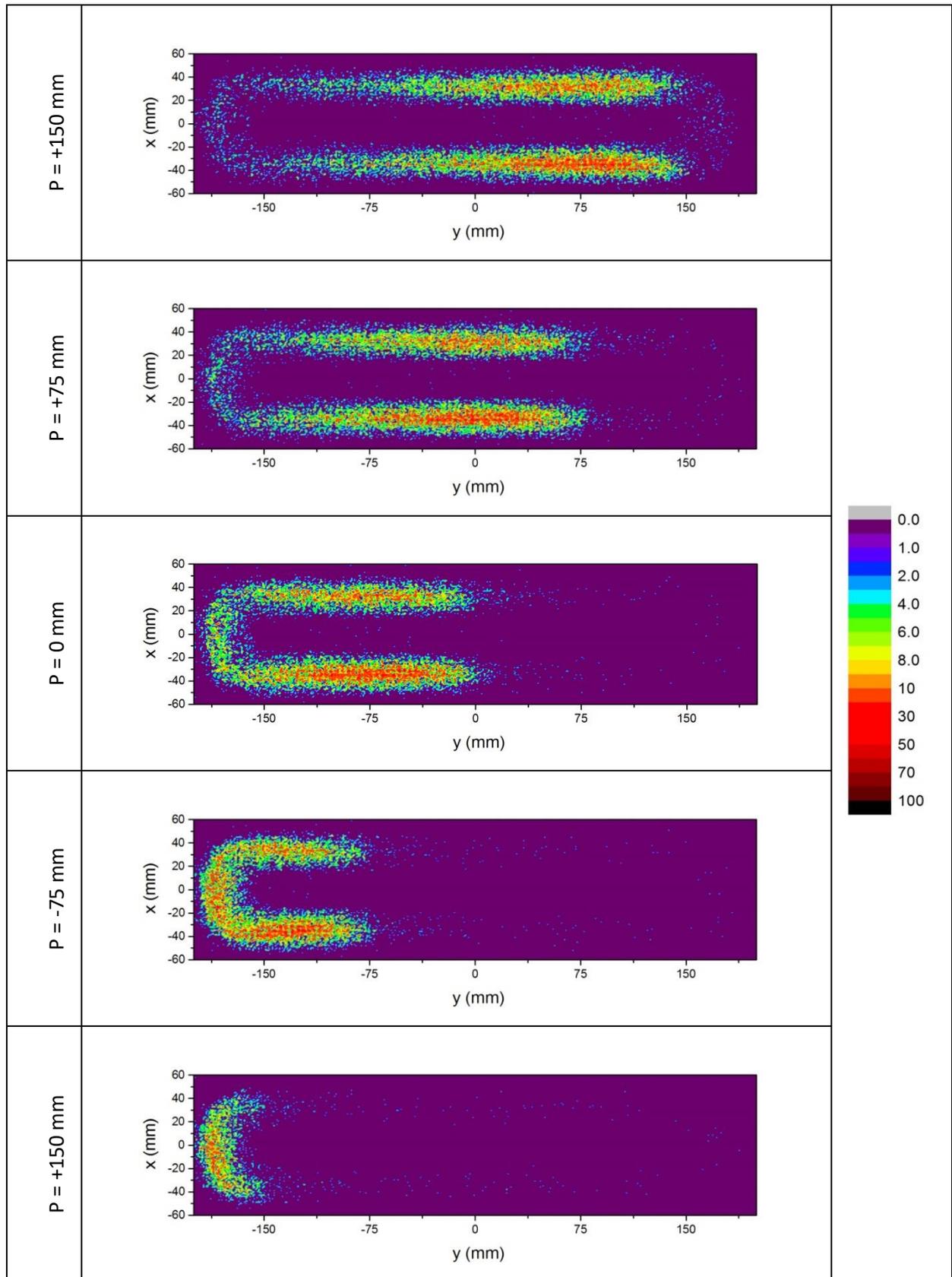


Figure IV-12. Différentes sources d'atomes pulvérisés puis déposés sur les substrats inclinés de 85° par rapport à la cible de chrome (P : position du substrat).

De la même façon que les sources d'atomes pour les substrats en face de la cible, l'origine des atomes éjectés et déposés sur des substrats inclinés de 85° présente deux sources d'atomes (Figure IV-12). Les deux sources sont bien marquées dans le cas où $P = (+150), (+75), 0$ et (-75) mm. La source principale est localisée dans la zone d'érosion de la cible en face des substrats inclinés de 85° . La surface de la source secondaire est opposée à la surface de la source principale. Des deux sources principales et secondaires ont été fusionnées dans le cas où le substrat est positionné à (-150) mm. On constate que seul le substrat incliné de 85° et positionné à $(+150)$ mm peut intercepter le maximum d'atomes pulvérisés de la cible de chrome. Ceci s'explique par l'orientation favorite de la surface du substrat incliné de 85° et positionné à $(+150)$ mm par rapport au flux oblique.

Pour chaque substrat, que ce soit à 0° ou à 85° d'inclinaison, modifier la position, modifie la forme de la source équivalente : forme en « U » plus ou moins allongée, où en double source linéaire (symétrique ou non). Ceci implique déjà que les dépôts ne pourront pas être complètement équivalents.

Par la suite, nous allons regrouper les valeurs de la fréquence d'apparition **maximale** des atomes d'aluminium, de chrome et de titane en fonction de la position et de l'orientation du substrat (figure IV-13). Cette représentation permet de visualiser et de comparer les profils de la fréquence d'apparition des trois matériaux (Al, Cr et Ti) en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

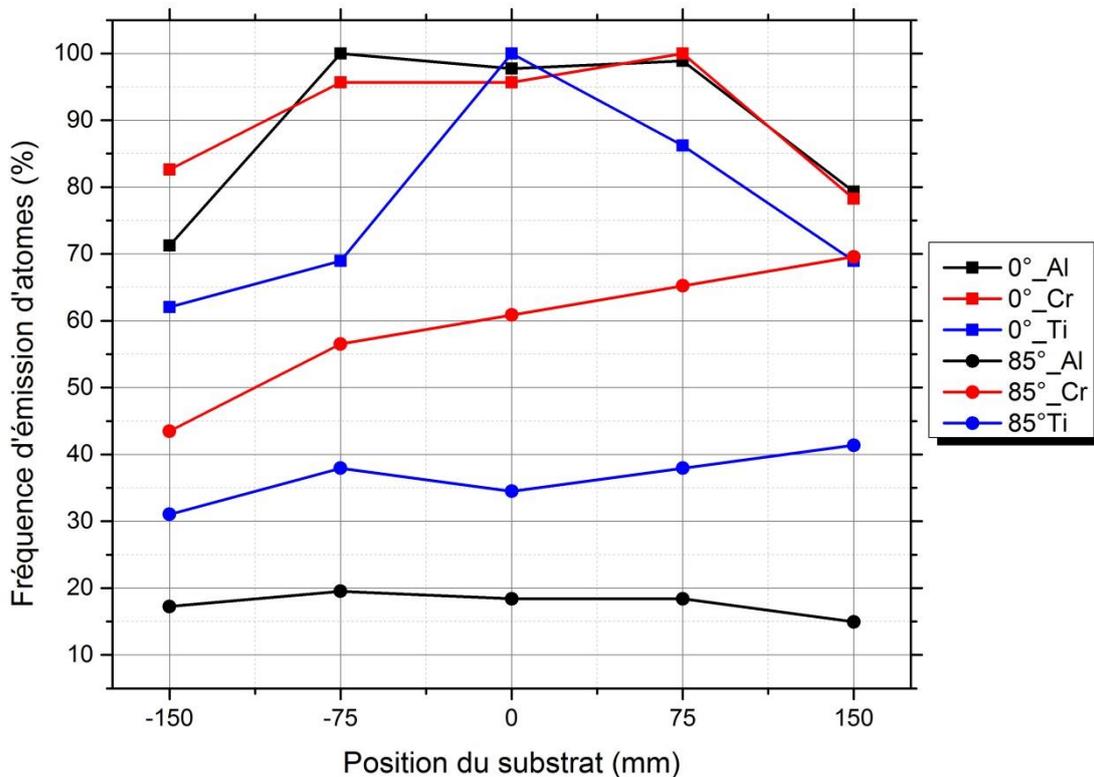


Figure IV-13. Comparaison des profils de fréquence d'émission des atomes d'aluminium, de chrome et de titane en fonction de la position des substrats et de leur orientation par rapport à la cible.

Pour $\alpha = 0^\circ$, les fréquences maximales d'émission d'atomes dans le cas de l'aluminium et du chrome présentent des profils similaires en fonction de la position. Une zone centrale d'au moins 150 mm (± 75 mm) est clairement visible. Sur les extrémités, la fréquence chute. Ceci s'explique par le taux de pulvérisation proche de l'aluminium (1.08 atomes/ions) et du chrome (1.36 atomes/ions) ainsi que par la symétrie de la piste d'érosion par rapport au centre de la cible rectangulaire. Comme la cible de titane s'est déformée sous l'effet de la chaleur (§ III.4.3.3), le profil des fréquences maximales est différent de ceux des deux autres matériaux. Il ne semble pas y avoir réellement de zone de pulvérisation homogène.

Pour les substrats inclinés à un angle de 85° , le profil de la fréquence d'émission des atomes de chrome et de titane a tendance à augmenter avec la position des substrats. Cependant, le profil de la fréquence d'émission des atomes d'aluminium reste à peu près constant quelle que soit la position des substrats. Dans le cas du chrome et du titane, c'est un effet direct de la combinaison orientation-position. Plus le substrat descend, sa normale pointant vers le bas, moins il fait face à la cible et donc moins il capte d'atomes. Pour l'aluminium, le profil d'éjection calculé par SRIM, prédisait une éjection principale dans l'axe de la normale. Ce qui provoque ici la constance des fréquences maximales (indépendamment de l'étalement sur la cible).

On peut conclure que le profil de la fréquence d'émission des atomes dépend essentiellement de la trace d'usure de la cible rectangulaire ainsi que de la position et de l'orientation des substrats par rapport à la cible. Les substrats reçoivent un flux d'atomes provenant d'une cible étalée générant un flux oblique, et non d'une source ponctuelle avec un flux normal. Les profils d'émission d'atomes ne représentent pas les profils finaux de l'épaisseur du revêtement puisqu'elles ne prennent pas en compte la dispersion des atomes durant le transport. Néanmoins, elles nous permettent de comprendre et d'estimer les profils de l'épaisseur des dépôts métalliques (Al, Cr et Ti) en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

Comme il vient d'être démontré, les sources « réelles » ou « équivalentes » relatives à chaque substrat peuvent prendre différentes formes, avec notamment une fraction principale et une secondaire. Or, la position théorique des substrats situés en face de la cible ou inclinés de 85° a été définie avec le concept d'une source ponctuelle à l'aplomb de chaque substrat. Pour avoir une description plus réelle du système cible-substrat, il est indispensable de déterminer la position et l'orientation réelle des substrats par rapport à la source équivalente. En premier lieu, nous aborderons la notion de barycentre de la source d'atomes ainsi que de barycentre du substrat. Puis, nous déterminerons l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) de chaque substrat par rapport à sa source d'atomes.

IV.4.3. Barycentre de la source des atomes pulvérisés/angle d'incidence ($\theta_{\text{barycentre}}$)

Les coordonnées du barycentre de la source des atomes pulvérisés ont été calculées à partir des coordonnées initiales (x, y, z) des atomes éjectés de la cible et déposés sur le substrat. Les coordonnées de barycentre du substrat ont été calculées à partir des coordonnées finales (x, y, z) des atomes déposés sur le substrat. Ces coordonnées initiales et finales des atomes ont été

obtenues avec SIMTRA. La figure IV-14 représente les coordonnées des barycentres des sources des atomes éjectés et des barycentres des substrats en projection dans le plan (yz) de la cible.

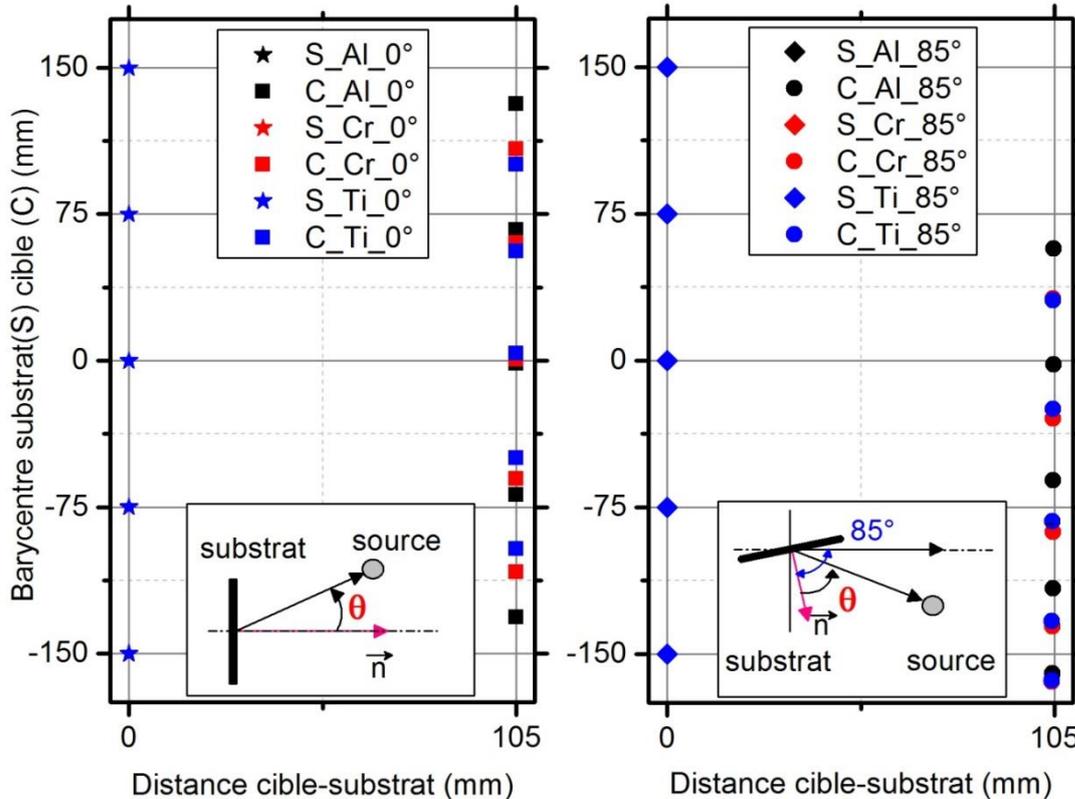


Figure IV-14. Coordonnées des barycentres des sources des atomes pulvérisés et des barycentres des substrats dans le plan (yz) de la cible.

A première vue, les coordonnées des barycentres des substrats sont équivalentes aux coordonnées théoriques de chaque substrat en face ou incliné de 85° par rapport à la cible. En revanche, les coordonnées du barycentre de la source d'atomes éjectés et déposés sur les substrats positionnés en $P = (+150)$ et $(+75)$ mm ont été déplacées vers le bas par rapport à la normale au substrat. De même, les coordonnées du barycentre de la source d'atomes éjectés et déposés sur les substrats positionnés en $P = (-150)$ et (-75) mm ont été déplacées en haut par rapport à la normale du substrat. Par contre, les coordonnées du barycentre de la source d'atomes éjectés et déposés sur le substrat positionné en $P = 0$ mm ont été légèrement déplacées soit en haut, soit en bas selon le matériau de la cible. Dans le cas des substrats inclinés de 85° par rapport à la cible, les coordonnées des barycentres sont complètement translatées vers le bas de la cible.

Les positions des barycentres de la source d'atomes éjectés par rapport à la normale de la surface des substrats (en face et inclinés) permettent de définir l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) qui est l'angle d'inclinaison réel du substrat par rapport au centre de la cible équivalente.

La figure IV-15 représente les angles d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

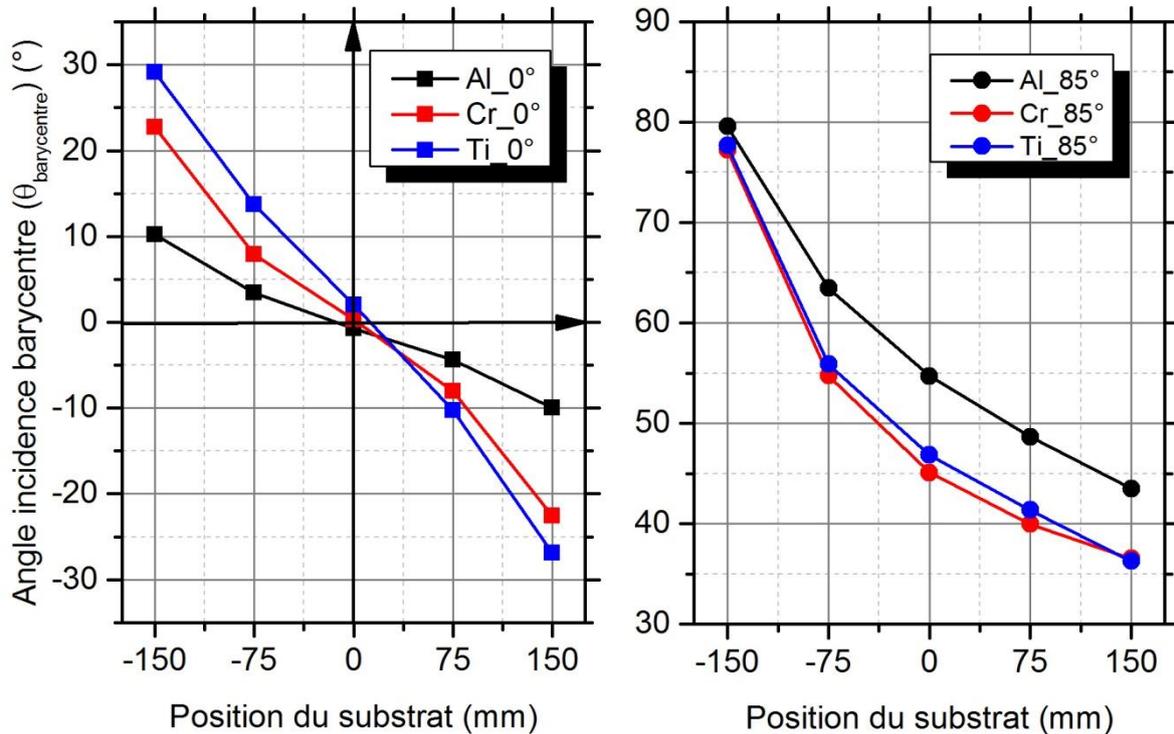


Figure IV-15. Angles d'incidence barycentre ($\theta_{\text{barycentre}}$) en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

Pour $\alpha = 0^\circ$, les valeurs d'angles affichées sont orientées (cf. figure IV-14). C'est ainsi que pour les substrats positionnés à (-150) et (-75) mm elles sont positives et négatives dans le cas où les substrats sont positionnés à (+75) et (+150) mm. Pour l'aluminium les angles d'incidence barycentre varient entre 10 et -10° , alors que la plage atteinte par le chrome et le titane est en moyenne -25 et 25° . On retrouve la constatation que l'aluminium est moins sensible que le chrome et le titane à la position face à la cible rectangulaire. On peut déduire que la microstructure colonnaire prédite par le diagramme de Thornton [63] des dépôts d'Al, de Cr et de Ti sera orientée vers le centre de la cible. Pour les substrats placés au milieu du porte-substrats, l'angle d'incidence barycentre des atomes d'aluminium, de chrome et de titane est environ de (-0.8), (0.3) et 2° respectivement. Dans ce cas, la microstructure colonnaire des dépôts (Al, Cr et Ti) sera celle attendue, perpendiculaire à la surface du substrat.

Pour $\alpha = 85^\circ$, les angles d'incidence des atomes d'aluminium, de chrome et de titane sur les substrats inclinés de 85° décroissent avec l'augmentation de la position des substrats. Les angles d'incidence barycentre des atomes de chrome et de titane sont équivalents et ils sont légèrement inférieurs par rapport aux angles d'incidence barycentre des atomes d'aluminium. Cette évolution s'explique par la variation de l'étalement vertical des sources équivalentes. A (-150 mm), la source équivalente correspond à la portion horizontale et courte de la piste

d'usure. La source équivalente est donc beaucoup plus ponctuelle que dans les autres cas et l'angle d'incidence barycentre se rapproche donc de l'angle d'inclinaison du substrat.

On peut également calculer la distance réelle source-substrat par la formule suivante :

$$d_{source-substrat} = \frac{d_{cible-substrat}}{\cos(|\alpha - \theta_{barycentre}|)} \quad (IV-1)$$

On note que les valeurs de la distance source-substrat ont été mesurées verticalement par rapport à l'axe oz du porte-substrat. Le **tableau IV-3** regroupe les valeurs de la distance réelle source-substrat pour les trois cibles (Al, Cr et Ti) en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

Position par rapport au porte-substrats (mm)	Cible					
	Al		Cr		Ti	
Orientation (°)	0	85	0	85	0	85
	Distance source équivalente-substrat (mm)					
(+150)	107	140	114	158	118	159
(+75)	105	130	106	149	107	145
0	105	122	105	137	105	134
(-75)	105	113	106	122	108	120
(-150)	107	105	114	106	120	106

Tableau IV-3. Distance source équivalente-substrat en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

On constate que la distance source-cible augmente avec la valeur absolue de l'angle d'incidence barycentre ($\theta_{barycentre}$) pour les substrats en face de la cible. Les angles d'incidence barycentre des atomes de titane sont plus grands que les angles d'incidence barycentre des atomes de chrome ou que ceux d'aluminium, donc les distances réelles des substrats positionnés à (-150) et (+150) mm sont à 120 et 118 mm respectivement par rapport à la source d'émission d'atomes au lieu de 105 mm.

Cette approche permet de décrire plus finement et de manière géométrique le système source équivalente-substrat.

IV.4.4. Barycentre de la source des atomes pulvérisés/angle azimuthal ($\phi_{barycentre}$)

La figure **IV-16** représente les coordonnées des barycentres des sources des atomes éjectés et des barycentres des substrats en face et inclinés de 85° par rapport à la cible dans le plan (xy) de la cible.

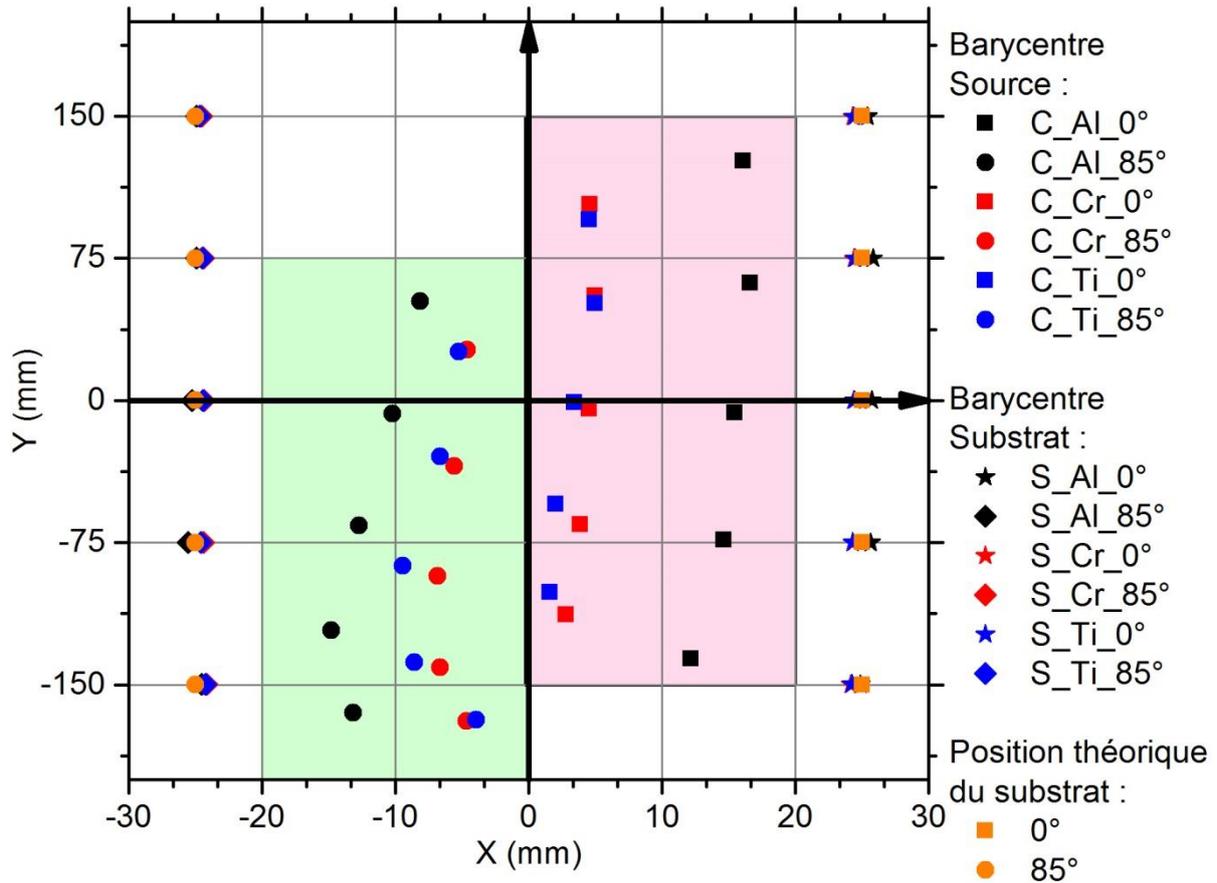


Figure IV-16. Coordonnées des barycentres des sources des atomes pulvérisés et les barycentres des substrats en face et inclinés dans le plan (xy) de la cible.

La figure IV-16 montre que les barycentres des sources d'atomes de chrome et de titane déposés sur des substrats en face de la cible sont presque équivalents. Ils sont installés à (4 ± 1) mm à droite de l'axe vertical de la cible et les barycentres des sources d'atomes d'aluminium sont placés à (15 ± 1) mm à droite de l'axe vertical de la cible puisque les substrats en face de la cible sont positionnés à droite du porte-substrats. Tous les barycentres des sources des atomes sont placés à droite et en face de la trace d'érosion de la cible. De même, les barycentres des sources des atomes déposés sur des substrats inclinés de 85° sont situés à gauche et en face de la trace d'érosion de la cible. Mais ils sont également un peu décalés vers le bas de la cible.

La projection des coordonnées de barycentre de la source d'atomes éjectés et les coordonnées de barycentre du substrat dans le plan (xy) de la cible permet de définir un angle azimuthal barycentre ($\phi_{\text{barycentre}}$). Cet angle représente l'angle de rotation du substrat autour de son axe normal. Il varie de 0 à 180° dans les deux sens de rotation (horaire et trigonométrique). Il permet de contrôler l'aspect tridimensionnel de dépôts architecturés.

Dans cette partie, il a été démontré que l'angle d'inclinaison du substrat (par rapport à la normale de sa plaque support parallèle à la cible) n'est pas l'angle d'inclinaison du substrat par rapport au centre de la cible équivalente (sauf cas particulier comme par exemple l'évaporation, ou de la pulvérisation avec des petites cibles circulaires à basse pression).

Expérimentalement ce point est impossible à trouver alors que la simulation peut le prédire. Cependant, les angles ainsi définis ne sont qu'une description géométrique du dépôt et non la description de l'angle d'incidence des particules atteignant le substrat par rapport à la normale du substrat. Dans ce qui suit, nous nous intéressons donc à l'angle d'incidence résultant ($\alpha_{\text{Rés}}$) et à l'angle azimuthal résultant ($\varphi_{\text{Rés}}$) du flux d'atomes. Le calcul de ces deux angles a été effectué à partir des coordonnées finales des atomes obtenues par SIMTRA. Les deux angles ($\alpha_{\text{Rés}}$ et $\varphi_{\text{Rés}}$) permettent de définir l'architecture finale de la couche métallique.

IV.5. Caractérisation du flux d'incidence

La figure IV-17 présente l'angle d'incidence résultant du flux d'atomes arrivant sur le substrat en face et incliné de 85° par rapport à la cible.

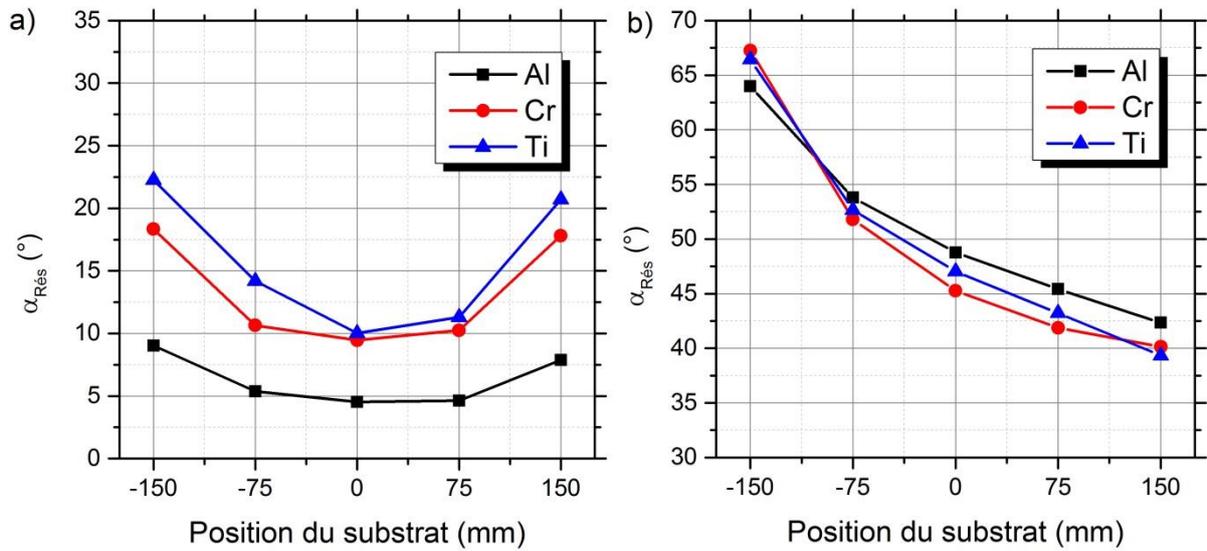


Figure IV-17. Angle d'incidence résultant du flux d'atomes arrivant sur le substrat, a) en face et b) incliné de 85° par rapport à la cible.

Pour les substrats en face de la cible, l'angle d'incidence résultant suit le profil en « U » constaté avec l'évolution de l'angle d'incidence barycentre : faible en position centrale, plus élevée en s'approchant des extrémités de la cible. Cependant par rapport à l'angle d'incidence barycentre qui provient d'un calcul géométrique entre deux points, l'angle d'incidence résultant intègre la distribution d'angle d'incidence dû à la dispersion durant le transport et à l'origine des atomes sur la source équivalente (qui n'est pas ponctuelle). Ainsi les valeurs d'angle aux extrémités de la plaque porte-substrat sont légèrement diminuées alors qu'au centre elles augmentent. L'aluminium présente les angles les plus faibles entre 5° et 9° , alors que le chrome et le titane varient entre 10° et 22.5° ; le titane ayant des valeurs d'angle toujours légèrement plus élevées que celles du chrome (entre 1° et 5°). L'angle d'incidence trouvé pour l'échantillon central est dû à l'asymétrie de la probabilité d'émission par rapport au centre de la cible dans la piste d'érosion.

Pour les substrats inclinés de 85° , les profils d'angle d'incidence résultant du flux d'atomes d'aluminium, de chrome et de titane arrivant sur les substrats sont semblables. L'angle

d'incidence résultant du flux d'atomes arrivant sur les substrats décroît avec l'augmentation de la position du substrat. Comme pour les substrats à 0° , l'angle d'incidence résultant est systématiquement inférieur à l'angle d'incidence barycentre, du fait de l'étalement variable des sources équivalents sur la piste d'érosion et de la dispersion pendant le transport cible-substrat.

La figure IV-18 présente l'angle azimuthal résultant du flux d'atomes arrivant sur le substrat en face et incliné de 85° par rapport à la cible.

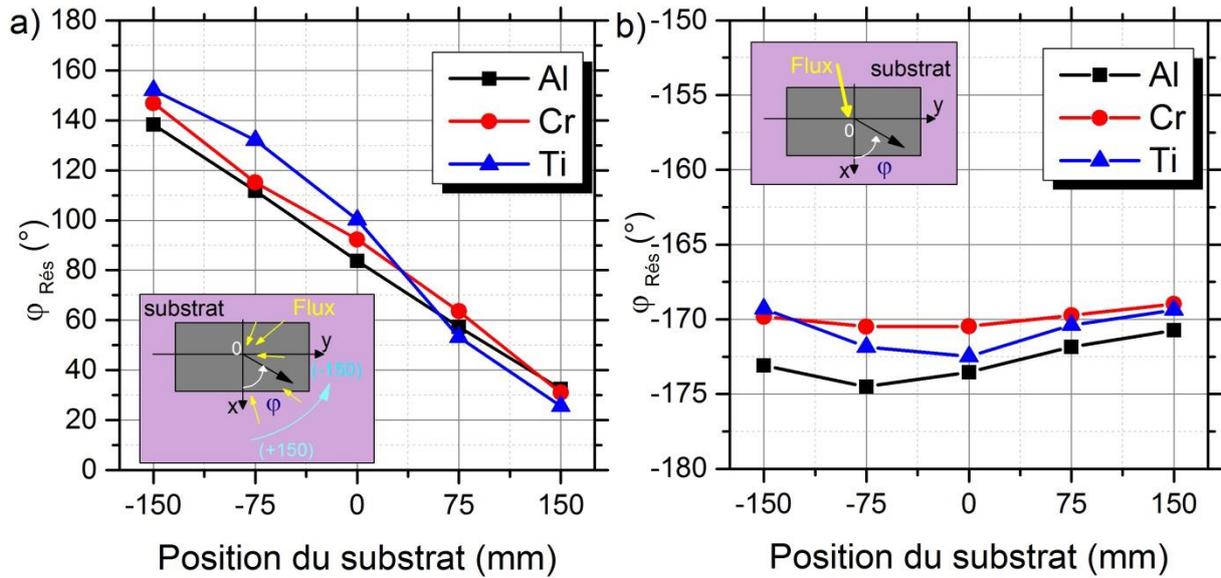


Figure IV-18. Angle azimuthal résultant du flux d'atomes arrivant sur le substrat, a) en face et b) incliné de 85° par rapport à la cible.

Pour les substrats en face de la cible, l'angle azimuthal résultant varie d'environ 25 à 150° pour les trois flux d'atomes métalliques. Cette variation est due à la non-uniformité de la piste d'érosion couplée à l'étalement de la source équivalente. Les différentes contributions opposées se compensent et ne reste donc que l'angle induit par le décalage entre la position de la source équivalente et du substrat en projection dans le plan xy de la cible (figure IV-16). L'allure moins linéaire du titane par rapport à l'aluminium et au chrome est dû encore une fois à la forme très hétérogène de la piste d'érosion de cette cible.

Pour les substrats inclinés de 85° , l'angle azimuthal résultant est de l'ordre de -172° . Il est relativement identique pour les trois flux d'atomes métalliques. Les substrats étant inclinés, le flux ne peut venir que du côté supérieur (-180) selon le référentiel choisi). La petite variation est due encore une fois au non alignement vertical des centres source et substrat.

Dans cette partie, il est démontré que les angles d'incidence du flux n'étaient pas égaux aux angles d'incidence barycentre. La simulation avec les paramètres expérimentaux précis (mesures de tension, de pression, de température, usure des cibles) permet d'avoir une description fine du flux d'atomes atteignant le substrat. Une description simple avec uniquement l'inclinaison du substrat ne peut pas expliquer les microstructures qui vont être présentées dans la partie suivante.

Dans ce qui suit, nous exposerons une comparaison entre les résultats de caractérisations (analyse structurale, épaisseur, analyse chimique) des dépôts métalliques (Al, Cr et Ti) et les résultats obtenus avec la simulation dont la simulation de croissance (SRIM, SIMTRA et Simul3D). D'abord, nous ferons une étude comparative des microstructures des couches métalliques obtenues après observation au MEB des sections transversales des différents revêtements et celles obtenues par simulation avec le logiciel Simul3D.

IV.6. Microstructure finale simulée des couches métalliques

La microstructure finale de la couche métallique simulée a été obtenue avec le logiciel Simul3D en utilisant les données de sortie du logiciel SIMTRA. Les atomes simulés de la couche occupent un volume $(150 \times 150 \times 150)$ pixels³. Le nombre d'atomes simulés maximum est environ de $3.2 \cdot 10^{+6}$ particules. Ce nombre correspond à l'épaisseur maximale de la couche obtenue. Puis, le nombre maximum d'atomes a été multiplié par le nombre d'atomes normalisés obtenu par SIMTRA afin d'avoir le gradient en épaisseur qui a été constaté en fonction de la position et de l'orientation du substrat. La surface du substrat est considérée comme une surface lisse et sans site de nucléation. L'énergie de collage a été fixée à 4 eV. Lorsqu'une particule atteint la surface du film, deux cas ont été étudiés :

- 1^{er} cas (sans diffusion) : l'atome prend une position sur la surface du substrat et il reste dans cette position sans diffusion,
- 2^{ème} cas (avec diffusion) : l'atome prend une position sur la surface du substrat puis, il a le pouvoir de se déplacer dans un rayon de 5 unités dans le cas des atomes de chrome et de titane, qui peuvent être répétées 5 fois. Pour les atomes d'aluminium, ils ont le pouvoir de se déplacer dans un rayon de 10 unités, qui peuvent être répétées 10 fois. Le critère de la mobilité des atomes sur la surface du substrat a été évoqué dans la partie bibliographique. En effet, étant plus légers, les atomes d'aluminium ont le pouvoir de se déplacer plus que les atomes de chrome ou de titane [47].

L'objectif de simuler la croissance de la couche mince sans diffusion est de déterminer l'influence de la direction préférentielle du flux d'atomes incidents sur la croissance de la couche.

Dans notre étude, nous avons comparé la microstructure de la couche métallique observée sur des images MEB des différents revêtements avec les images obtenues par la simulation. La comparaison a été réalisée en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible. La valeur de l'angle des colonnes (β) est déduite de mesures réalisées sur les images obtenues par MEB et sur les images obtenues par simulation. Une moyenne de cinq valeurs est ainsi réalisée. L'angle β est mesuré par rapport à la normale au substrat.

Dans ce qui suit, nous présentons les images MEB des sections transversales des différents revêtements et celles correspondant aux images obtenues avec simul3D pour chaque couche métallique.

IV.6.1. Microstructure finale simulée de la couche d'aluminium

Le **tableau IV-4** regroupe les images MEB des sections transversales de la couche d'aluminium, les images obtenues par la simulation dans les deux cas de diffusion et les angles d'inclinaison des colonnes en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

Angle α ($^\circ$)	0					85																																																				
Position (mm)	(-150)	(-75)	0	(+75)	(+150)	(-150)	(-75)	0	(+75)	(+150)																																																
MEB																																																										
Simul3D Sans diffusion																																																										
Simul3D Avec diffusion																																																										
Angle d'inclinaison des colonnes β ($^\circ$)	<table border="1"> <caption>Data for Graph 1: $\alpha = 0^\circ$</caption> <thead> <tr> <th>Position (mm)</th> <th>Exp ($^\circ$)</th> <th>simul_sans_diff ($^\circ$)</th> <th>simul_avec_diff ($^\circ$)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>-150</td> <td>17</td> <td>12</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>-75</td> <td>5</td> <td>4</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>0</td> <td>1</td> <td>1</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>75</td> <td>9</td> <td>5</td> <td>4</td> </tr> <tr> <td>150</td> <td>21</td> <td>9</td> <td>9</td> </tr> </tbody> </table>					Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)	-150	17	12	10	-75	5	4	5	0	1	1	1	75	9	5	4	150	21	9	9	<table border="1"> <caption>Data for Graph 2: $\alpha = 85^\circ$</caption> <thead> <tr> <th>Position (mm)</th> <th>Exp ($^\circ$)</th> <th>simul_sans_diff ($^\circ$)</th> <th>simul_avec_diff ($^\circ$)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>-150</td> <td>46</td> <td>45</td> <td>48</td> </tr> <tr> <td>-75</td> <td>45</td> <td>46</td> <td>46</td> </tr> <tr> <td>0</td> <td>42</td> <td>39</td> <td>41</td> </tr> <tr> <td>75</td> <td>38</td> <td>41</td> <td>38</td> </tr> <tr> <td>150</td> <td>36</td> <td>44</td> <td>38</td> </tr> </tbody> </table>					Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)	-150	46	45	48	-75	45	46	46	0	42	39	41	75	38	41	38	150	36	44	38
Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)																																																							
-150	17	12	10																																																							
-75	5	4	5																																																							
0	1	1	1																																																							
75	9	5	4																																																							
150	21	9	9																																																							
Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)																																																							
-150	46	45	48																																																							
-75	45	46	46																																																							
0	42	39	41																																																							
75	38	41	38																																																							
150	36	44	38																																																							

Tableau IV-4. Images MEB des sections transversales de la couche d'aluminium, images obtenues par la simulation et angles d'inclinaison des colonnes en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

L'observation au MEB des sections transversales de la couche d'aluminium révèle une variation de la microstructure colonnaire en fonction de la position et de l'orientation du substrat, comme prédit par l'étude précédente. Pour $\alpha = 0^\circ$, les colonnes sont bien inclinées et orientées vers le centre de la cible. Pour $\alpha = 85^\circ$, les colonnes sont inclinées dans la même direction sur le substrat puisque la surface du substrat incliné de 85° est orientée dans le même sens. Le phénomène de compétition entre les colonnes qui se produit lors des premiers stades de croissance est surtout observé sur les dépôts inclinés de 85° . De petites colonnes sont orientées dans la même direction générale de la croissance d'une couche inclinée à 85° . Sur les images de la simulation sans diffusion, on observe également clairement ce phénomène. Ces colonnes sont verticales dans les premiers nanomètres puis commencent à s'incliner quand le phénomène d'ombrage commande la croissance dans les deux cas, $\alpha = 0^\circ$ et $\alpha = 85^\circ$. Lors de l'arrivée de la vapeur de flux métallique, la formation des îlots est un processus aléatoire sur la surface du substrat. Puis, les îlots croissent en colonnes ce qui conduit à un effet d'ombrage. En conséquence, un certain nombre de colonnes ne reçoivent plus d'atomes et leur croissance s'arrête [179]. Une des conséquences majeures de l'effet d'ombrage est la diminution de la densité des films [180]. En revanche, sur les images de la simulation avec diffusion, le phénomène de compétition entre les colonnes qui se produit lors des premiers stades de croissance a été évité pour $\alpha = 0^\circ$. Toutefois, ce phénomène est toujours observable pour les grands angles d'inclinaison ($\alpha = 85^\circ$). Le diamètre des colonnes est plus large et plus constant dans le cas de la simulation avec diffusion par rapport à la simulation sans diffusion à cause de la mobilité accrue des atomes à la surface du substrat. La microstructure colonnaire change avec l'épaisseur, notamment dans les premiers stades de croissance. On peut en déduire que la microstructure de la couche simulée avec diffusion est plus proche des images MEB ce qui correspond à la forte mobilité de l'aluminium rapportée précédemment.

Pour $\alpha = 0^\circ$, l'angle d'inclinaison des colonnes de la microstructure simulée avec et sans diffusion est presque équivalent. On peut en déduire que la mobilité des atomes intervient uniquement dans la première phase de la croissance de la couche et qu'elle n'influe pas sur l'angle d'inclinaison des colonnes. Par contre, elle peut avoir un effet sur le diamètre des colonnes. La comparaison entre la simulation et l'expérience montre que les angles d'inclinaison des colonnes sont bien vérifiés pour les positions 0, (+75) et (-75) mm ainsi que pour les substrats inclinés ($\alpha = 85^\circ$). Cependant, on constate un écart entre les angles d'inclinaison des colonnes mesurés expérimentalement et simulés pour les substrats positionnés à (+150) et (-150) mm. Ceci est probablement dû au modèle simple qui a été intégré dans le logiciel Simul3D. L'effet de gradient en épaisseur sur la couche simulée en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible a été observé sur les images obtenues par la simulation.

IV.6.2. Microstructure finale simulée de la couche de chrome

Le **tableau IV-5** regroupe les images MEB des sections transversales de la couche de chrome, les images obtenues par la simulation dans les deux cas de diffusion et les angles d'inclinaison des colonnes en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

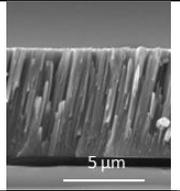
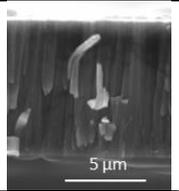
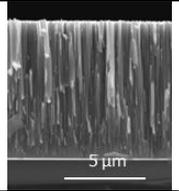
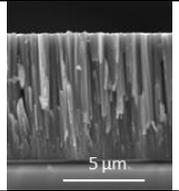
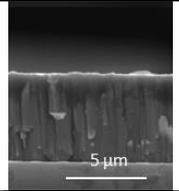
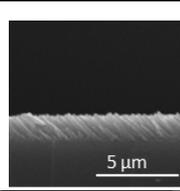
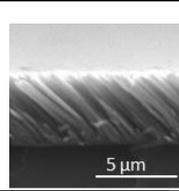
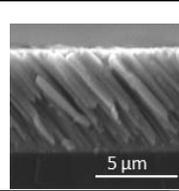
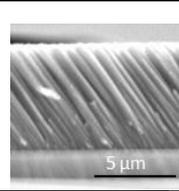
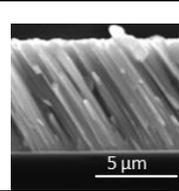
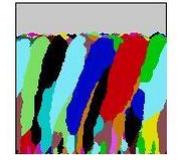
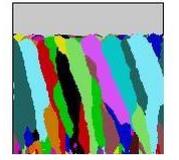
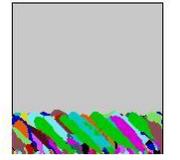
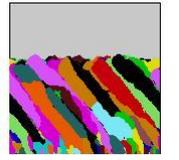
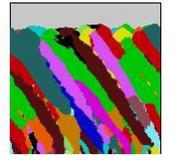
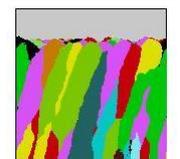
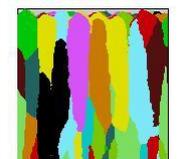
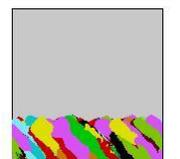
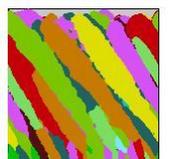
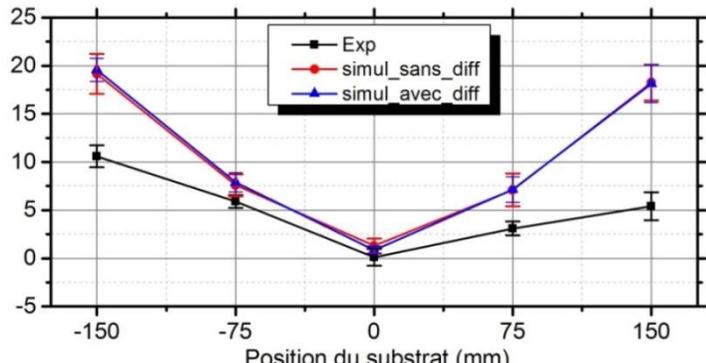
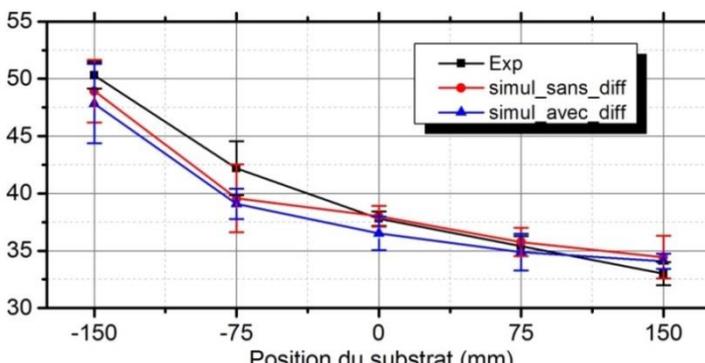
Angle α (°)	0					85				
Position (mm)	(-150)	(-75)	0	(+75)	(+150)	(-150)	(-75)	0	(+75)	(+150)
MEB										
Simul3D Sans diffusion										
Simul3D Avec diffusion										
Angle d'inclinaison des colonnes β (°)										

Tableau IV-5. Images MEB des sections transversales de la couche de chrome, images obtenues par la simulation et angles d'inclinaison des colonnes en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

Les images MEB des sections transversales de la couche de chrome montrent une variation de la microstructure colonnaire en fonction de la position et de l'inclinaison du substrat par rapport à la cible. Pour $\alpha = 0^\circ$, la microstructure colonnaire de la couche déposée sur les substrats positionnés en haut ((+75) et (+150) mm) et en bas ((-75) et (-150) mm) du porte-substrats est symétrique. Ceci s'explique par la position des substrats par rapport aux barycentres de la source d'émission des atomes qui a été évoquée dans le paragraphe IV-4.3. De même, pour $\alpha = 85^\circ$, les colonnes sont orientées dans la même direction que le flux d'incidence.

On constate que quelle que soit la position et l'orientation du substrat par rapport à la cible, le phénomène de compétition entre les colonnes lors des premiers stades de croissance est observable sur les sections transversales de la couche de chrome. Les petites colonnes sont orientées dans la même direction générale de la croissance d'une couche mais ce n'est pas le cas de la simulation. La simulation sans diffusion montre de petites colonnes perpendiculaires à la surface du substrat. En revanche, la simulation avec diffusion permet de mettre en évidence des petites colonnes légèrement orientées dans la direction de la croissance de la couche. Dans ce cas, les atomes ont la possibilité de se déplacer sur la surface du substrat puis dans la couche de chrome en cours de croissance, ce qui permet à ces derniers de rejoindre les atomes au cours du processus de croissance. La comparaison entre les images MEB et les images de la simulation permet de déduire que la microstructure de la couche simulée avec diffusion est relativement en accord avec les observations faites par MEB.

L'angle d'inclinaison des colonnes de la microstructure simulée avec et sans diffusion est très proche pour $\alpha = 0^\circ$ et pour $\alpha = 85^\circ$. De même, on peut déduire que la mobilité des atomes intervient uniquement dans la première phase de la croissance de la couche et qu'elle n'influe pas sur l'angle d'inclinaison des colonnes. En revanche, elle a un effet sur le diamètre des colonnes. On observe cette tendance sur l'image de la microstructure de la couche déposée sur un substrat incliné de 85° et positionné à (-150) mm. Pour $\alpha = 0^\circ$, les angles d'inclinaison des colonnes simulés avec et sans diffusion sont supérieurs à ceux des angles mesurés sur les images MEB. Pour $\alpha = 85^\circ$, les angles d'inclinaison des colonnes simulés avec et sans diffusion sont en accord avec les angles mesurés sur les images MEB.

On remarque que l'effet de gradient en épaisseur sur la couche simulée en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible est observable sur les images obtenues par simulation.

IV.6.3. Microstructure finale simulée de la couche de titane

Le [tableau IV-6](#) regroupe les images MEB des sections transversales de la couche de titane, les images obtenues par la simulation dans les deux cas de diffusion et les angles d'inclinaison des colonnes en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

Angle α ($^\circ$)	0					85																																																				
Position (mm)	(-150)	(-75)	0	(+75)	(+150)	(-150)	(-75)	0	(+75)	(+150)																																																
MEB																																																										
Simul3D Sans diffusion																																																										
Simul3D Avec diffusion																																																										
Angle d'inclinaison des colonnes β ($^\circ$)	<table border="1"> <caption>Data for Graph 1: $\alpha = 0^\circ$</caption> <thead> <tr> <th>Position (mm)</th> <th>Exp ($^\circ$)</th> <th>simul_sans_diff ($^\circ$)</th> <th>simul_avec_diff ($^\circ$)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>-150</td> <td>21</td> <td>21</td> <td>21</td> </tr> <tr> <td>-75</td> <td>7</td> <td>13</td> <td>13</td> </tr> <tr> <td>0</td> <td>2</td> <td>2</td> <td>2</td> </tr> <tr> <td>75</td> <td>11</td> <td>10</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>150</td> <td>26</td> <td>20</td> <td>20</td> </tr> </tbody> </table>					Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)	-150	21	21	21	-75	7	13	13	0	2	2	2	75	11	10	10	150	26	20	20	<table border="1"> <caption>Data for Graph 2: $\alpha = 85^\circ$</caption> <thead> <tr> <th>Position (mm)</th> <th>Exp ($^\circ$)</th> <th>simul_sans_diff ($^\circ$)</th> <th>simul_avec_diff ($^\circ$)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>-150</td> <td>46</td> <td>46</td> <td>46</td> </tr> <tr> <td>-75</td> <td>35</td> <td>43</td> <td>36</td> </tr> <tr> <td>0</td> <td>29</td> <td>37</td> <td>35</td> </tr> <tr> <td>75</td> <td>28</td> <td>36</td> <td>34</td> </tr> <tr> <td>150</td> <td>24</td> <td>33</td> <td>31</td> </tr> </tbody> </table>					Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)	-150	46	46	46	-75	35	43	36	0	29	37	35	75	28	36	34	150	24	33	31
Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)																																																							
-150	21	21	21																																																							
-75	7	13	13																																																							
0	2	2	2																																																							
75	11	10	10																																																							
150	26	20	20																																																							
Position (mm)	Exp ($^\circ$)	simul_sans_diff ($^\circ$)	simul_avec_diff ($^\circ$)																																																							
-150	46	46	46																																																							
-75	35	43	36																																																							
0	29	37	35																																																							
75	28	36	34																																																							
150	24	33	31																																																							

Tableau IV-6. Images MEB des sections transversales de la couche de titane, images obtenues par la simulation et angles d'inclinaison des colonnes en fonction de la position et de l'orientation du substrat.

Les images MEB montrent que le revêtement de titane développe une microstructure colonnaire plus au moins dense. Les colonnes des dépôts de titane sont dirigées vers le centre de la cible pour $\alpha = 0^\circ$. Pour $\alpha = 85^\circ$, les colonnes de tous les dépôts de Ti sont orientées dans la même direction. Ceci a été bien prédit par la simulation. De même que pour les revêtements d'aluminium et de chrome, le phénomène de compétition entre les colonnes lors des premiers stades de croissance est observable sur les sections transversales de la couche de titane quelle que soit la position et l'orientation des substrats par rapport à la cible. La comparaison entre la simulation avec et sans diffusion révèle que les microstructures simulées les plus proches des images MEB sont les images de la simulation avec diffusion. Les angles d'inclinaison des colonnes de la microstructure simulée avec et sans diffusion sont semblables, et ils sont en accord avec les images MEB pour $\alpha = 0^\circ$. Pour $\alpha = 85^\circ$, les angles d'inclinaison des colonnes de la microstructure simulée avec et sans diffusion sont légèrement supérieurs aux angles des colonnes mesurés sur les images MEB. Ceci est probablement dû à la cristallisation de la couche de titane qui n'est pas encore prise en compte dans la simulation.

De même, l'effet de gradient en épaisseur sur la couche simulée en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible a été observé sur les images obtenues par la simulation.

On peut conclure que l'angle d'inclinaison des colonnes dépend principalement de l'angle d'incidence du flux, de l'effet d'ombrage et de la nature du matériau de dépôt. La direction de l'angle d'inclinaison des colonnes prédit par le calcul de l'angle d'incidence barycentre a été vérifiée avec les images Simul3D. L'écart entre l'angle des colonnes obtenu expérimentalement et numériquement peut être expliqué par la cristallinité des couches (non prise en compte dans la simulation). La simulation avec Simul3D avec diffusion montre que la mobilité des atomes n'a pas d'influence marquée sur l'angle d'inclinaison des colonnes. Néanmoins, elle a un effet sur le diamètre des colonnes. Le phénomène de compétition entre les colonnes qui se produit lors des premiers stades de croissance a été bien observé dans le cas de la simulation avec Simul3D sans diffusion. La simulation avec Simul3D permet de prédire le profil et le gradient de l'épaisseur en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

Dans ce qui suit, nous nous sommes intéressés à l'épaisseur des dépôts. À partir des sections transversales de la couche simulée et celle obtenue expérimentalement (MEB), nous déduisons l'épaisseur normalisée de la couche. Ensuite, nous les comparons avec le nombre d'atomes normalisés obtenu avec SIMTRA.

IV.7. Epaisseur et nombre de particules

La mesure de l'épaisseur expérimentale des dépôts métalliques (Al, Cr et Ti) s'effectue à l'aide du MEB par l'observation de la coupe transverse de chaque revêtement. Trois mesures ont été effectuées pour déterminer une valeur moyenne de l'épaisseur de chaque dépôt. Il a été constaté que l'épaisseur de dépôts élaborés sur un substrat en face de la cible est relativement homogène sur toute la surface du substrat. En revanche, les dépôts obtenus sur un substrat incliné se caractérisent par une inhomogénéité en épaisseur. Les films sont d'autant plus épais

que la distance cible-substrat est faible [181]. L'épaisseur moyenne d'une couche inclinée a été calculée à partir de la différence en épaisseur entre deux extrémités et le milieu d'une couche (e_1 , e_2 et e_3) (Figure IV-19). Pour cela, l'incertitude dans les mesures de l'épaisseur de la couche sur substrat incliné est plus marquée que l'incertitude dans les mesures de l'épaisseur de la couche obtenue en face de la cible.

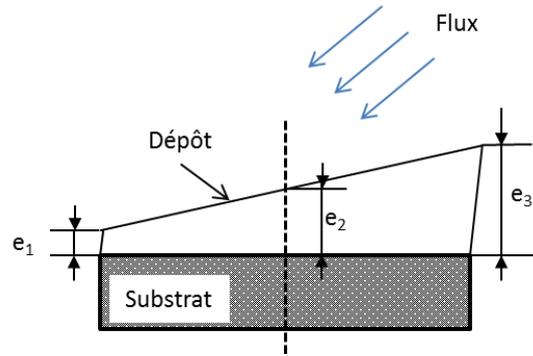


Figure IV-19. Différence en épaisseur entre deux extrémités et le milieu d'une couche inclinée.

La comparaison de l'épaisseur de la couche a été effectuée entre :

- le profil de l'épaisseur normalisée de la couche obtenue expérimentalement (MEB),
- le profil de l'épaisseur normalisée de la couche simulée obtenue avec Simul3D,
- le profil du nombre d'atomes normalisé obtenu avec SIMTRA.

L'épaisseur de la couche obtenue expérimentalement avec les observations de la section transverse de la couche représente l'épaisseur réelle de la couche. Elle prend en compte le nombre d'atomes déposés sur la surface du substrat, les vides inter-colonnaires (effet d'ombrage), la cristallinité du dépôt, la distance cible/substrat et la nature du matériau (taux de pulvérisation). L'épaisseur de la couche simulée avec Simul3D prend en compte le nombre de particules injectées dans le volume de la couche simulée et des vides inter-colonnaires. Mais elle ne prend pas en compte, ni la cristallinité du dépôt, ni la nature du matériau. En revanche, le nombre d'atomes obtenu avec SIMTRA représente uniquement le nombre d'atomes arrivant sur la surface du substrat.

L'épaisseur utilisée dans cette étude est normalisée par rapport à l'épaisseur d'une couche déposée sur un substrat positionné au milieu du porte-substrats ($P = 0$ mm). Le nombre d'atomes normalisé est égal au rapport du nombre d'atomes détectés par la surface du substrat sur le nombre d'atomes interceptés par la surface du substrat positionné au milieu du porte-substrats ($P = 0$ mm).

IV.7.1. Epaisseur normalisée du dépôt d'Al / nombre d'atomes normalisés

La figure IV-20 présente une comparaison entre l'épaisseur normalisée du dépôt d'Al obtenue avec MEB, avec Simul3D et le nombre d'atomes d'aluminium normalisés en fonction de la position et de l'orientation de la surface du substrat par rapport à la cible.

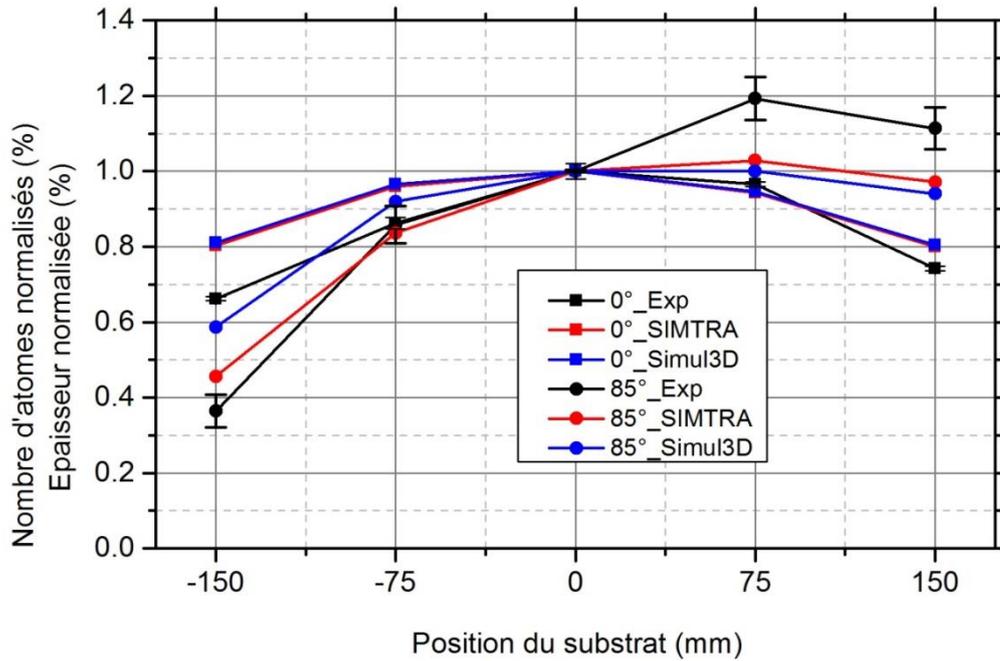


Figure IV-20. Epaisseur normalisée du dépôt d'Al et nombre d'atomes d'aluminium normalisé en fonction de la position et de l'orientation de la surface du substrat par rapport à la cible.

A partir des images MEB de la coupe transverse, l'épaisseur du dépôt d'Al déposé sur un substrat en face de la cible et au milieu du porte-substrats ($P = 0$ mm) est environ de $(8.1 \pm 0.1) \mu\text{m}$. De même, l'épaisseur du dépôt d'Al déposé sur un substrat incliné de 85° par rapport à la cible et au milieu du porte-substrats est environ de $(2.7 \pm 0.1) \mu\text{m}$. L'épaisseur du dépôt d'Al déposé sur un substrat en face de la cible et au milieu du porte-substrat est plus élevée que l'épaisseur du dépôt d'Al déposé sur un substrat incliné de 85° . L'influence de l'angle d'incidence du flux sur la variation de l'épaisseur a été constatée dans plusieurs travaux scientifiques [182] [183] [184] [185].

Pour $\alpha = 0^\circ$, les deux profils de la simulation (SIMTRA et Simul3D) sont équivalents. On constate que le profil de l'épaisseur mesuré expérimentalement et le profil du nombre d'atomes normalisés sont semblables dans le cas où la position du substrat est égale à 0, 75 et 150 mm. En revanche, dans le cas où le substrat est positionné à (-75) et (-150) mm, le profil de l'épaisseur mesurée est inférieur à celui du nombre d'atomes normalisés. Ceci est probablement dû à la trace d'usure de la cible et à la présence de la zone dite « coin croix ». Les substrats en face de cette zone reçoivent plus d'atomes par rapport aux autres substrats.

Pour $\alpha = 85^\circ$, l'épaisseur de la couche diminue avec la position du substrat puisque la surface du substrat incliné de 85° et positionné à 150 mm peut recevoir une grande quantité d'atomes venant de flux obliques par rapport à une surface du substrat inclinée de 85° et positionnée à (-150) mm. On peut en déduire que l'épaisseur de la couche dépend principalement de l'orientation et de la position de la surface du substrat par rapport à la trace d'érosion de la cible. Les deux profils de la simulation (SIMTRA et Simul3D) sont équivalents dans le cas où le substrat est positionné à +75 et +150 mm. En revanche, on

observe un écart entre les deux profils dans le cas (-75) et (-150) mm. Cela veut dire que les couches déposées sur le substrat positionné à (-75) et (-150) mm sont plus poreuses que les couches déposées sur le substrat positionné à (+75) et (+150) mm. On obtient la même conclusion dans le cas de la comparaison entre les profils de la simulation et le profil de l'épaisseur obtenue expérimentalement.

IV.7.2. Epaisseur normalisée du dépôt de Cr / nombre d'atomes normalisés

La figure IV-21 présente une comparaison entre l'épaisseur normalisée du dépôt de Cr obtenue expérimentalement, avec les images de la couche simulée (Simul3D) et le nombre d'atomes de chrome normalisé obtenu avec SIMTRA en fonction de la position et de l'orientation de la surface du substrat par rapport à la cible.

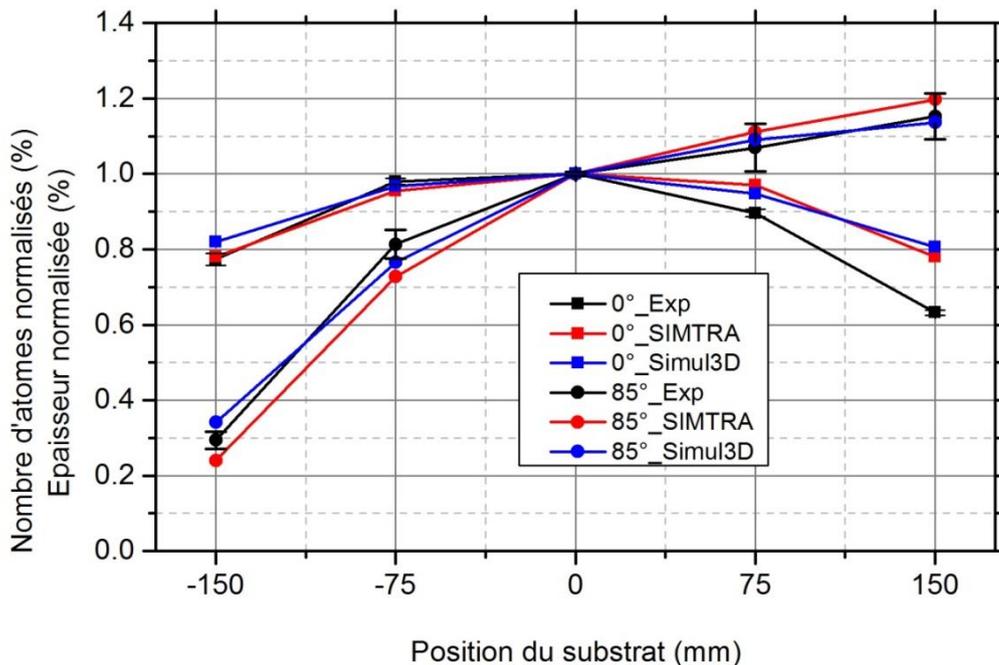


Figure IV-20. Epaisseur normalisée du dépôt de Cr et nombre d'atomes de chrome normalisés en fonction de la position et de l'orientation de la surface du substrat par rapport à la cible.

Expérimentalement (MEB), l'épaisseur du dépôt de chrome déposé sur un substrat en face de la cible et au milieu du porte-substrats ($P = 0$ mm) est environ de $(8.5 \pm 0.01) \mu\text{m}$. De même, l'épaisseur du dépôt de chrome déposé sur un substrat incliné de 85° par rapport à la cible et au milieu du porte-substrats est environ de $(3.5 \pm 0.02) \mu\text{m}$.

Dans le cas $\alpha = 0^\circ$, $P = (-75)$ et $P = (-150)$, les deux profils de la simulation correspondent bien au profil de l'épaisseur mesurée expérimentalement. Dans le cas où $P = (+75)$ et $P = (+150)$ mm, le profil de l'épaisseur est légèrement inférieur aux deux profils de la simulation (SIMTRA et Simul3D). Cela est dû à la trace d'usure (zone « coin croix »).

Pour $\alpha = 85^\circ$, l'épaisseur de la couche diminue avec l'augmentation de la position du substrat. Les explications précédentes dans le cas de la couche d'aluminium sont valables dans ce cas.

L'épaisseur de la couche dépend principalement de l'orientation et de la position de la surface du substrat par rapport à la trace d'érosion de la cible.

Dans le cas où $P = (-75)$ et $P = (-150)$, le profil de la simulation SIMTRA (nombre d'atomes) est légèrement inférieur à celui de l'épaisseur, et inversement dans le cas $P = (+75)$ et $P = (+150)$. Cela veut dire que la couche déposée sur le substrat positionné à $P = (-75)$ et $P = (-150)$ est plus poreuse que la couche déposée sur le substrat à $P = (+75)$ et $P = (+150)$.

IV.7.3. Epaisseur normalisée du dépôt de Ti / nombre d'atomes normalisés

La figure IV-22 présente une comparaison entre l'épaisseur normalisée du dépôt de Ti obtenue expérimentalement, avec Simul3D et le nombre d'atomes de titane normalisé en fonction de la position et de l'orientation de la surface du substrat par rapport à la cible.

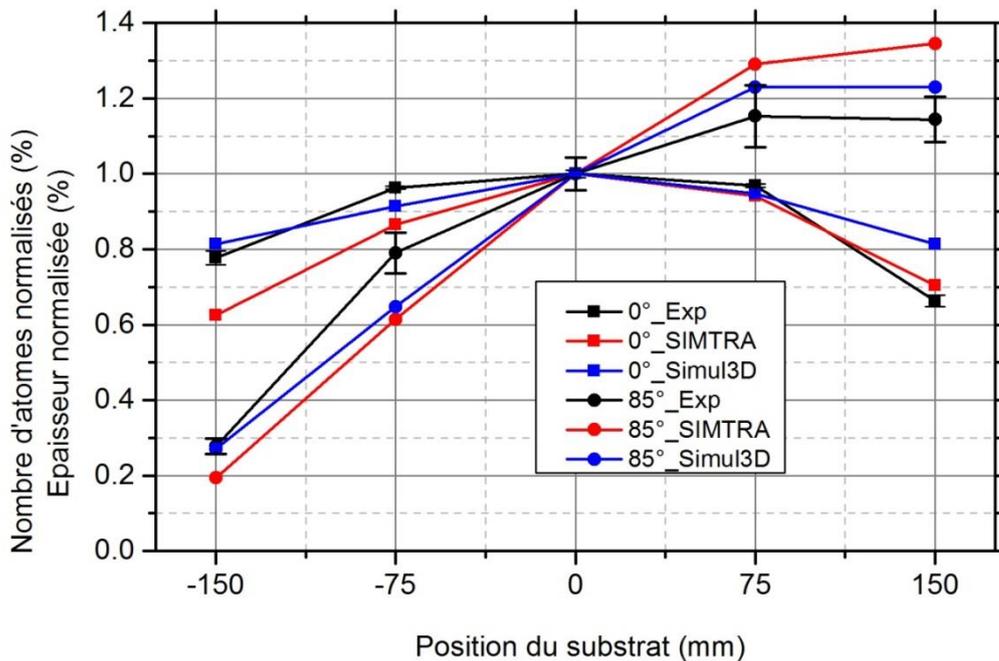


Figure IV-21. Epaisseur normalisée du dépôt de Ti et nombre d'atomes de titane normalisé en fonction de la position et de l'orientation de la surface du substrat par rapport à la cible.

L'épaisseur déterminée expérimentalement du dépôt de titane déposé sur un substrat en face de la cible et au milieu du porte-substrats ($P = 0$ mm) est environ de $(6.8 \pm 0.1) \mu\text{m}$. L'épaisseur du dépôt de titane déposé sur un substrat incliné de 85° par rapport à la cible et au milieu du porte-substrats est environ de $(3.5 \pm 0.2) \mu\text{m}$.

Dans le cas $\alpha = 0^\circ$, l'épaisseur de la couche déposée sur le substrat positionné à $P = (+75)$ et $P = (+150)$ est supérieure à celle pour $P = (-75)$ et $P = (-150)$. Cela est dû à la trace d'usure de la cible. Les deux profils de la simulation (SIMTRA et Simul3D) sont assez différents. On constate le même phénomène pour $\alpha = 85^\circ$. Cette dispersion des valeurs est due à l'érosion inhomogène de la cible.

On peut conclure que le profil de l'érosion de la cible rectangulaire joue un rôle dominant sur l'épaisseur de la couche finale. L'épaisseur de la couche métallique est influencée par la position et l'orientation de la surface du substrat, donc par le flux incident. Les mesures expérimentales de l'épaisseur de la couche permettent de déterminer l'influence de la zone dite « coin croix ». Le nombre d'atomes normalisé obtenu par SIMTRA permet de prédire les revêtements les plus poreux par rapport au plus denses. La simulation donne des résultats particulièrement cohérents avec la variation d'épaisseur du chrome. Pour l'aluminium et le titane des variations sont présentes. Même si les caractéristiques du flux expliquent beaucoup de points, un effet « matériau » est notable.

Dans ce qui suit, nous nous sommes intéressés à l'aspect de la surface des couches obtenues expérimentalement. Sont également quantifiés le taux de porosité et la rugosité des couches simulées avec Simul3D.

IV.8. Analyse de la surface des dépôts métalliques

IV.8.1. Analyse de la surface des dépôts métalliques expérimentaux (Al, Cr et Ti)

Afin de vérifier la présence de porosités dans nos couches, nous examinons à titre d'exemple les images MEB des surfaces des films de Cr déposés sur des substrats en face et inclinés par rapport à la cible en fonction de la position du substrat ([Tableau IV-7](#)). Les images MEB des surfaces des films d'Al et de Ti sont présentées dans les [Annexes 5](#) et [6](#).

IV. Etude la position et l'orientation du substrat par rapport à la cible rectangulaire

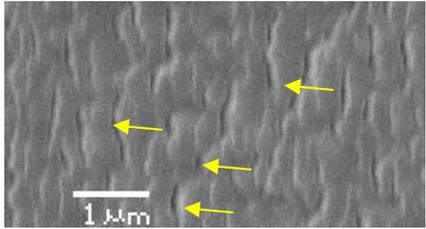
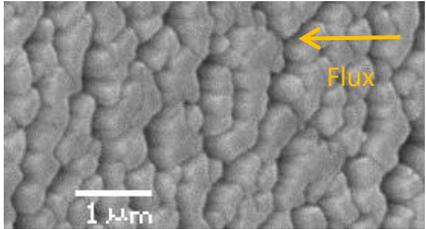
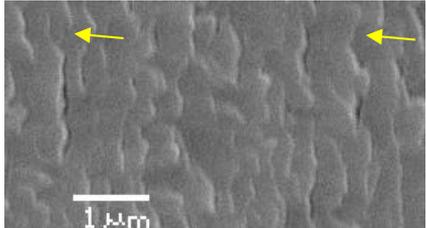
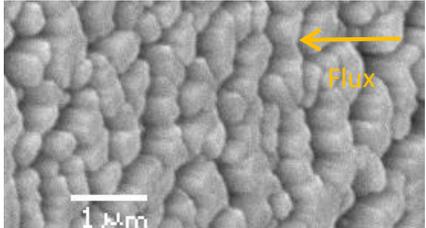
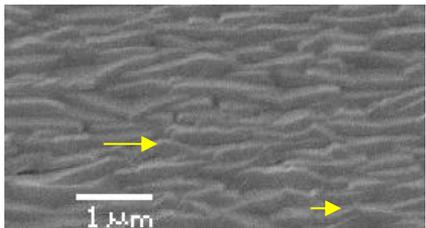
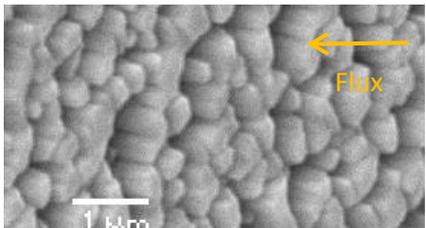
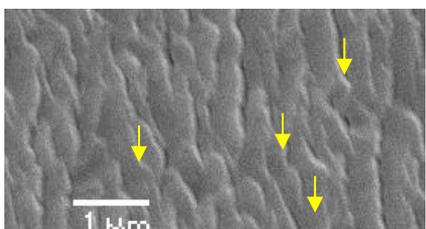
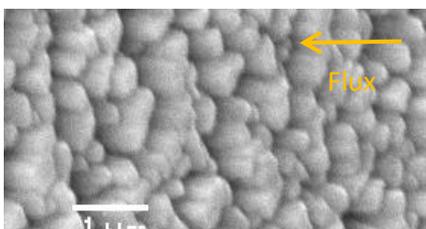
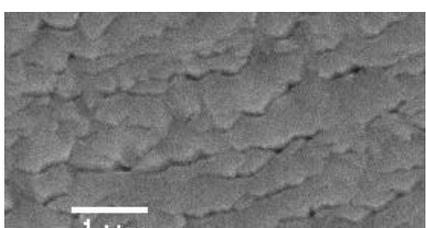
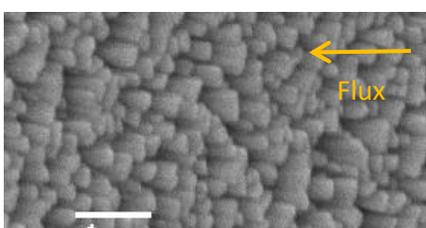
Position du substrat (mm)	Orientation du substrat par rapport à la cible α ($^{\circ}$)	
	$\alpha = 0^{\circ}$	$\alpha = 85^{\circ}$
P = (+150)		
P = (+75)		
P = 0		
P = (-75)		
P = (-150)		

Tableau IV-7. Images MEB des surfaces des films de Cr déposés sur des substrats en face ou inclinés de 85° par rapport à la cible.

Pour $\alpha = 0^{\circ}$, le dépôt de Cr déposé sur un substrat en face de la cible (P = 0 mm) présente une microstructure en forme de grains allongés. La longueur moyenne des grains est d'environ

(1.7 ± 0.4) μm . On constate l'existence de vide (porosité) entre les extrémités des grains. On aperçoit que plus on s'éloigne du centre du porte-substrats ($P = \pm 75$ et $P = \pm 150$) mm, plus les porosités deviennent nombreuses et ouvertes. Les grains deviennent également de plus en plus larges. Les dépôts de chrome déposés sur les substrats positionnés à $P = +75$ mm, $P = -75$ mm et $P = +150$ mm, $P = -150$ mm sont assez proches en apparences. Ceci s'explique par la position des substrats par rapport à la source d'émission d'atomes. Les substrats reçoivent simultanément un flux normal et une quantité d'atomes venant de tous les points de la piste d'érosion. Pour $\alpha = 85^\circ$, les dépôts présentent une surface rugueuse et poreuse. On constate que la taille des grains augmente avec la position des substrats. Le dépôt obtenu sur un substrat placé à (-150) mm se caractérise par des petites colonnes. Ceci s'explique par la diminution de l'épaisseur de dépôts en fonction de la position du substrat incliné de 85° par rapport à la cible (le dépôt obtenu à -150 mm est bien moins épais et constitué de plus petites colonnes que celui obtenu à + 150 mm cf. Tab IV-5).

Les observations et explications précédentes sont valables pour l'évolution de la microstructure des dépôts d'aluminium et de titane en fonction de la position et de l'orientation du substrat (Annexe 5 et 6). Pour $\alpha = 0^\circ$, le dépôt d'Al déposé sur un substrat en face de la cible ($P = 0$ mm) présente une microstructure relativement dense à gros cristaux répartis sur la surface et séparés par des pores. Les revêtements de titane sont caractérisés par une morphologie nodulaire dense. À $\alpha = 85^\circ$, la microstructure des couches d'aluminium présente une surface rugueuse avec de grands cristaux. Ces gros cristaux ne sont évidemment pas présents dans la simulation. La taille des cristaux augmente avec la position du substrat tout comme la présence de vide inter colonnaires. Pour le titane, des petits cristaux hexagonaux et une rugosité relativement importante ont été observés en surface. Dans la littérature, il a été constaté que le taux de porosité et la rugosité de la surface du dépôt GLAD (Cr [132], ZnS [184], ZrO_2 -4 mol% Y_2O_3 [185], Sb_2S_3 [186]) augmentent avec l'angle d'incidence de flux.

Dans ce qui suit, nous déterminons le paramètre de rugosité « R_a » de la surface des dépôts métalliques.

IV.8.2. Rugosité de la surface des dépôts métalliques simulés (Al, Cr et Ti)

La figure IV-22 présente les profils de la rugosité de dépôts métalliques (Al, Cr et Ti) obtenus avec le logiciel Simul3D en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible. Seules les couches simulées avec diffusion ont été étudiées.

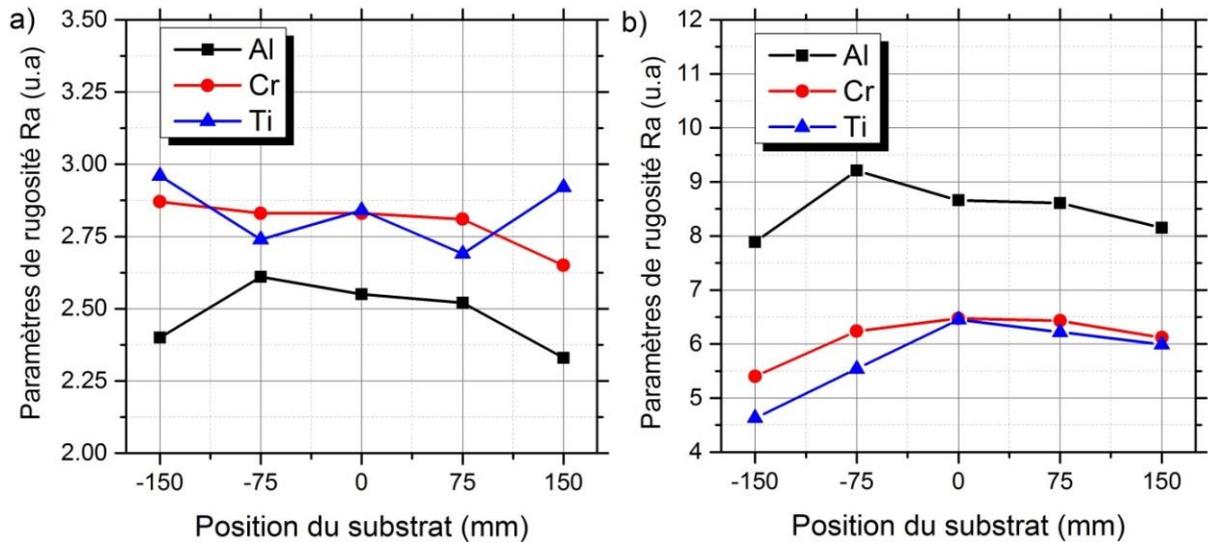


Figure IV-22. Profils de la rugosité Ra obtenus par la simulation de croissance avec diffusion grâce à Simul3D pour les dépôts obtenus sur des substrats : a) en face et b) inclinés de 85° par rapport à la cible.

Pour $\alpha = 0^\circ$, on constate que les dépôts métalliques (Cr et Ti) se caractérisent par une faible rugosité de surface de l'ordre de (2.8 ± 0.07) u.a. Pour Al, le paramètre de la rugosité est environ de (2.5 ± 0.09) u.a. Pour $\alpha = 85^\circ$, la rugosité de surface des dépôts de titane et de chrome sont similaires. En revanche, la surface des dépôts d'Al est plus rugueuse et de l'ordre de (8.5 ± 0.5) u.a, soit trois fois celle de Cr et Ti. Ce qui concorde avec les observations qualitatives réalisées par MEB de la surface des dépôts d'Al déposés sur des substrats inclinés.

IV.8.3. Densité des dépôts métalliques simulés (Al, Cr et Ti)

La figure IV-23 présente les profils de la densité des dépôts métalliques (Al, Cr et Ti) obtenus avec le logiciel Simul3D en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible. Seules les couches simulées avec diffusion ont été étudiées.

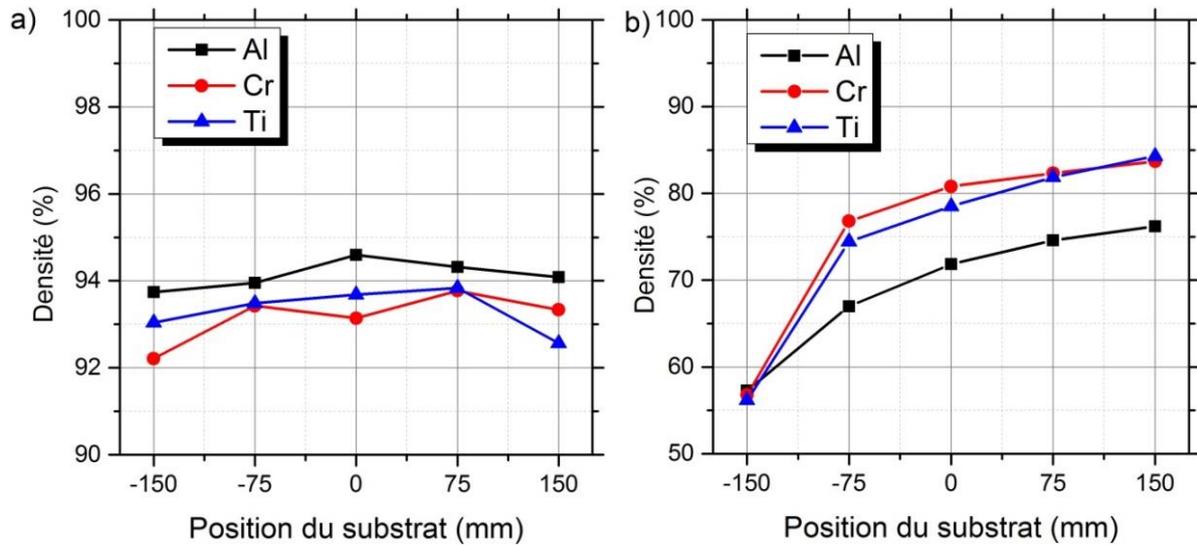


Figure IV-23. Profils de densité obtenus par la simulation de croissance avec diffusion grâce à Simul3D pour les dépôts obtenus sur des substrats : a) en face et b) inclinés de 85° par rapport à la cible.

On remarque que la variation de la densité des couches métalliques en fonction de la position des substrats est faible quand ces derniers sont en face de la cible et reste relativement dense (93 % en moyenne). Néanmoins, les couches d'aluminium sont plus denses que les couches de chrome et de titane. Ceci est dû probablement à la grande mobilité des atomes d'aluminium. Pour $\alpha = 85^\circ$, on constate que la densité augmente avec la position des substrats. Cependant, les couches sont moins denses (densité maximale de 85 %). Ceci est dû à l'effet d'ombrage qui a été constaté sur les images MEB.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'analyse chimique de nos couches dans le but de vérifier les types de contamination de nos dépôts métalliques (Al, Cr et Ti).

IV.9. Analyse chimique

Les dépôts obtenus par pulvérisation sont souvent contaminés par de l'oxygène. La présence de porosité dans la couche permet et facilite l'insertion de l'oxygène de l'air entre les colonnes du dépôt. De plus, l'oxygène peut se combiner avec les éléments du dépôt pour former des oxydes en surface. C'est pour cette raison que des analyses chimiques par EDS/WDS ont été réalisées sur nos dépôts métalliques (Al, Cr et Ti). Des analyses complémentaires par XPS ont été effectuées sur les dépôts de Cr afin d'évaluer la teneur en oxygène en surface et en profondeur de la couche en fonction de la position et de l'orientation du substrat par rapport à la cible.

IV.9.1. Analyse chimique par EDS-WDS

La **figure IV-24** regroupe la teneur en oxygène des films d'Al, de Cr et de Ti déposés sur des substrats en face et inclinés de 85° par rapport à la cible en fonction de la position du substrat.